

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-142265

(43)Date of publication of application : 16.05.2003

(51)Int.Cl.

H05B 33/14
C09K 11/06

(21)Application number : 2001-339425

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 05.11.2001

(72)Inventor : KIMURA KEIZO

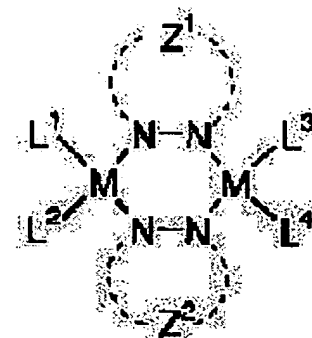
(54) LIGHT EMITTING ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a light emitting element with high brightness and excellent durability which can emit light with high light emitting efficiency.

SOLUTION: For the light emitting element having organic compound layers including a light emitting layer between a pair of electrodes formed on a substrate, at least one of the organic compound layers contains a compound shown by formula (1) and a phosphorescent compound. In formula (1), Z1 and Z2 represent nonmetallic atom group necessary for forming a five-membered ring together with nitrogen atom and the ring may have a substituent or may form a fused ring together with another ring. L1, L2, L3, and L4 represent hydrogen atom, alkyl group, aryl group, or nitrogen containing aromatic ring group, and M represents metallic atom.

一般式(1)



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

Bibliographic Fields

Document Identity

(19)【発行国】

日本国特許庁(JP)

(12)【公報種別】

公開特許公報(A)

(11)【公開番号】

特開2003-142265(P2003-142265
A)

(43)【公開日】

平成15年5月16日(2003.5.16)

Public Availability

(43)【公開日】

平成15年5月16日(2003.5.16)

Technical

(54)【発明の名称】

発光素子

(51)【国際特許分類第7版】

H05B 33/14

C09K 11/06 660

690

【F1】

H05B 33/14 B

C09K 11/06 660

690

【請求項の数】

7

【出願形態】

OL

【全頁数】

19

【テーマコード(参考)】

3K007

【Fターム(参考)】

3K007 AB02 AB03 AB11 DB03

(19) [Publication Office]

Japan Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document]

Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application]

Japan Unexamined Patent Publication 2003 - 142265 (P2003 -
142265A)

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

Heisei 15 year May 16 day (2003.5.16)

(43) [Publication Date of Unexamined Application]

Heisei 15 year May 16 day (2003.5.16)

(54) [Title of Invention]

LUMINESCENT ELEMENT

(51) [International Patent Classification, 7th Edition]

H05B 33/14

C09K 11/06 660

690

【F1】

H05B 33/14 B

C09K 11/06 660

690

【Number of Claims】

7

【Form of Application】

OL

【Number of Pages in Document】

19

【Theme Code (For Reference)】

3 K007

【F Term (For Reference)】

3 K007 AB02 AB03 AB11 DB03

JP2003142265A

2003-5-16

Filing

【審査請求】

未請求

(21)【出願番号】

特願2001-339425 (P 2001-339425)

(22)【出願日】

平成13年11月5日 (2001.11.5)

Parties

Applicants

(71)【出願人】

【識別番号】

000005201

【氏名又は名称】

富士写真フイルム株式会社

【住所又は居所】

神奈川県南足柄市中沼210番地

Inventors

(72)【発明者】

【氏名】

木村 桂三

【住所又は居所】

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フイルム株式会社内

Agents

(74)【代理人】

【識別番号】

100105647

【弁理士】

【氏名又は名称】

小栗 昌平 (外4名)

Abstract

(57)【要約】

【課題】

高輝度、高効率発光可能で耐久性に優れた発光素子を提供する。

[Request for Examination]

Unrequested

(21) [Application Number]

Japan Patent Application 2001 - 339425 (P2001 - 339425)

(22) [Application Date]

Heisei 13 year November 5 day (2001.11.5)

(71) [Applicant]

[Identification Number]

000005201

[Name]

FUJI PHOTO FILM CO. LTD. (DB 69-053-6693)

[Address]

Kanagawa Prefecture Minami Ashigara City Nakanuma 2 10

(72) [Inventor]

[Name]

Kimura Katsura three

[Address]

Inside of Kanagawa Prefecture Minami Ashigara City
Nakanuma 2 10 Fuji Photo Film Co. Ltd. (DB 69-053-6693)

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Identification Number]

100105647

[Patent Attorney]

[Name]

Oguri Shohei (Outside 4 persons)

(57) [Abstract]

[Problems to be Solved by the Invention]

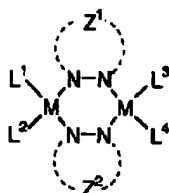
Being high brightness、 high efficiency light emitting possible, it offers luminescent element which is superior in the durability.

【解決手段】

基板上に設けた一対の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層の少なくとも1層に下記一般式(I)で表される化合物とりん光発光性化合物を含有することを特徴とする発光素子。

【化1】

一般式(I)



一般式(I)中、Z¹およびZ²は窒素原子とともに5員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更に別の環と縮合環を形成してもよい。

L¹、L²、L³およびL⁴はそれぞれ水素原子、アルキル基、アリール基または含窒素芳香環基を表し、Mは金属原子を表す。

Claims

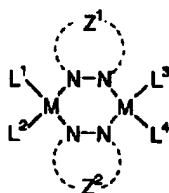
【特許請求の範囲】

【請求項1】

基板上に設けた一対の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層の少なくとも1層に下記一般式(I)で表される化合物とりん光発光性化合物を含有することを特徴とする発光素子。

【化1】

一般式(I)



一般式(I)中、Z¹およびZ²は窒素原子とともに5員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更

[Means to Solve the Problems]

compound and phosphor light luminescent compound where said organic compound layer in 1 layer is displayed atleast with below-mentioned General Formula (I) in luminescent element which formed the organic compound layer which includes light emitting layer between pair of electrodes which is provided on substrate, are contained luminescent element, which is made feature

[Chemical Formula 1]

In General Formula (I), Z¹ and Z² with nitrogen atom display the nonmetal atom group which is necessary in order to form 5 -member ring, this ring has been allowed to have possessed substituent, in addition furthermore to form another ring and fused ring is possible.

L¹, L², L³ and L⁴ display respective hydrogen atom, alkyl group, aryl group or nitrogen-containing aromatic ring, the M displays metal atom.

[Claim(s)]

[Claim 1]

compound and phosphor light luminescent compound where said organic compound layer in 1 layer is displayed atleast with below-mentioned General Formula (I) in luminescent element which formed the organic compound layer which includes light emitting layer between pair of electrodes which is provided on substrate, are contained luminescent element, which is made feature

[Chemical Formula 1]

In General Formula (I), Z¹ and Z² with nitrogen atom display the nonmetal atom group which is necessary in order to form 5 -member ring, this ring has been allowed to have possessed

に別の環と縮合環を形成してもよい。

L¹、L²、L³およびL⁴はそれぞれ水素原子、アルキル基、アリール基または含窒素芳香環基を表し、Mは金属原子を表す。

【請求項 2】

前記一般式(I)で表される化合物がピラザボール構造を有することを特徴とする請求項 1 記載の発光素子。

【請求項 3】

前記ピラザボール構造を有する化合物が4,4,8,8-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル)ピラザボールであることを特徴とする請求項 2 記載の発光素子。

【請求項 4】

前記りん光発光性化合物が有機金属錯体であることを特徴とする請求項 1~3 記載の発光素子。

【請求項 5】

前記りん光発光性化合物がオルトメタル化錯体であることを特徴とする請求項 1~4 記載の発光素子。

【請求項 6】

前記りん光発光性化合物がオルトメタル化イリジウム錯体であることを特徴とする請求項 1~5 に記載の発光素子。

【請求項 7】

前記有機発光層が高分子化合物を含有することを特徴とする請求項 1~6 のいずれかに記載の発光素子。

Specification

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、発光素子材料および発光素子に関するものであり、特に高輝度で発光効率が高く、耐久性に優れた発光素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

今日、種々の発光素子に関する研究開発が活発であり、中でも有機電界発光(EL)素子は、低

substituent, in addition furthermore to form another ring and fused ring is possible.

L¹、L²、L³ and L⁴ display respective hydrogen atom, alkyl group, aryl group or nitrogen-containing aromatic ring, the M displays metal atom.

[Claim 2]

luminescent element, which is stated in Claim 1 where compound which is displayed with aforementioned General Formula (I) has pillar the ball structure and makes feature

[Claim 3]

compound which possesses aforementioned pillar the ball structure 4, 4, 8 and 8 -tetrakis (1 H-pyrazole -1- yl) pillar the ball and luminescent element, which is stated in the Claim 2 which is made feature

[Claim 4]

Aforementioned phosphor light luminescent compound is organometallic complex and luminescent element, which is stated in Claim 1~3 which is made feature

[Claim 5]

Aforementioned phosphor light luminescent compound is ortho metalated complex and luminescent element, which is stated in Claim 1~4 which is made feature

[Claim 6]

Aforementioned phosphor light luminescent compound is ortho metalated iridium complex and luminescent element, which is stated in Claim 1~5 which is made feature

[Claim 7]

Aforementioned organic light emitting layer contains polymeric compound luminescent element, which is stated in any of Claim 1~6 which is made feature

[Description of the Invention]

[0001]

[Technological Field of Invention]

It is something regarding luminescent element where as for this invention, being something regarding luminescent element material and luminescent element, light emission efficiency is high with especially high brightness, is superior in durability.

[0002]

[Prior Art]

research and development regarding today, various luminescent element being active, organic

電圧で高輝度の発光を得ることができるため、有望な発光素子として注目されている。

例えば、有機化合物の蒸着により有機薄膜を形成する発光素子が知られている(アブライド フィジックス レターズ, 51 巻, 913 頁, 1987 年)。

この文献に記載された発光素子はトリス(8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウム錯体(Alq)を電子輸送材料として用い、正孔輸送材料(アミン化合物)と積層させることにより、従来の単層型素子に比べて発光特性を大幅に向上させている。

【0003】

近年、有機 EL 素子をカラーディスプレイへと適用することが活発に検討されているが、高性能カラーディスプレイを開発する為には、青・緑・赤、それぞれの発光素子の特性を向上する必要がある。

発光素子特性向上の手段として、アブライド フィジックス レターズ, 75 巻, 4 頁(1999 年)に記載のイリジウム錯体からの発光を利用した緑色発光素子が報告されている。

本素子は外部量子効率 8%を達しており、従来素子の限界といわれていた外部量子効率 5%を凌駕しているが、耐久性に問題があり、その改良が望まれていた。

また、特開 2000-226573 にピラザボール構造を有する化合物を含有する素子の記載があるが、輝度、耐久性とも低く、その向上が望まれた。

【0004】

一方、有機発光素子において高輝度発光を実現しているものは有機物質を真空蒸着によって積層している素子であるが、製造工程の簡略化、加工性、大面積化等の観点から塗布方式による素子作製が望ましい。

しかしながら、従来の塗布方式で作製した素子では発光輝度、発光効率の点で蒸着方式で作製した素子に劣っており、高輝度、高効率発光が大きな課題となっていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は上記のような実情に鑑みてなされたもので、

electroluminescence (EL) element, because light emitting of high brightness can be acquired with low voltage, is observed even among them as promising luminescent element.

luminescent element which forms organic thin film by vapor deposition of for example organic compound is informed, (Applied physics letters, Vol. 51, 913 page, 1987).

luminescent element which is stated in this literature uses tris (8-hydroxy quinolinato) aluminum complex (Alq) as electron-transporting material, light emitting quality greatly has improved positive hole transporting material (amine compound) with by laminate doing, in comparison with conventional single layer type element.

【0003】

Recently, organic EL device is examined to with color display is applied actively, but in order to develop high performance color display, blue * green * red, characteristic of respective luminescent element it is necessary to improve.

As means of luminescent element property improvement, green color luminescent element which utilizes light emitting from the iridium complex which is stated in Applied physics letters, Vol. 75, 4 page (1999) is reported.

As for this element outside quantum efficiency 8% we have reached, we surpass outside quantum efficiency 5% which was called limit of element until recently, but there was a problem in durability, improvement was desired.

In addition, there is statement of element which contains compound which possesses pillar the ball structure in Japan Unexamined Patent Publication 2000-226573, but also brightness, durability was low, improvement was desired.

【0004】

On one hand, those which actualize high brightness light emitting in organic luminescent element are the element which laminates organic substance with vacuum vapor deposition, but from simplification and fabricability, surface area enlarging or other viewpoint of production step element construction is desirable with coating system.

But, in element which is produced with conventional coating system we were inferior to element which in point of light emitting brightness, light emission efficiency is produced with vapor deposition system, we had become problem whose high brightness, high efficiency light emitting conversion is large.

【0005】

【Problems to be Solved by the Invention】

As for this invention as description above considering to

のであり、高輝度、高効率発光可能で耐久性に優れた発光素子を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】

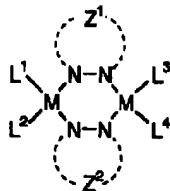
この課題は下記的手段によって達成された。

(1)基板上に設けた一对の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層の少なくとも1層に下記一般式(I)で表される化合物とりん光発光性化合物を含むことを特徴とする発光素子。

【0007】

【化2】

一般式(I)



【0008】

一般式(I)中、Z¹およびZ²は窒素原子とともに5員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更に別の環と縮合環を形成してもよい。

L¹、L²、L³およびL⁴はそれぞれ水素原子、アルキル基、アリール基または含窒素芳香環基を表し、Mは金属原子を表す。

(2)前記一般式(I)で表される化合物がピラザボール構造を有することを特徴とする(1)記載の発光素子。

(3)前記ピラザボール構造を有する化合物が4,4,8,8-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル)ピラザボールであることを特徴とする(2)記載の発光素子。

(4)前記りん光発光性化合物が有機金属錯体であることを特徴とする(1)~(3)記載の発光素子。

(5)前記りん光発光性化合物がオルトメタル化錯体であることを特徴とする(1)~(4)記載の発光素子。

actual condition, being something which it is possible, being high brightness, high efficiency light emitting possible, it isto offer luminescent element which is superior in durability.

【0006】

[Means to Solve the Problems]

This problem was achieved with below-mentioned means .

compound and phosphor light luminescent compound where said organic compound layer in 1 layer is displayed atleast with below-mentioned General Formula (I) in luminescent element which formed the organic compound layer which includes light emitting layer between pair of electrodes which is provided on(1) substrate, are contained luminescent element. which is made feature

【0007】

[Chemical Formula 2]

【0008】

In General Formula (I), Z¹ and Z² with nitrogen atom display the nonmetal atom group which is necessary in order to form 5 -member ring, this ring has beenallowed to have possessed substituent, in addition furthermore to formanother ring and fused ring is possible.

L¹、L²、L³ and L⁴ display respective hydrogen atom, alkyl group, aryl group or nitrogen-containing aromatic ring, the M displays metal atom.

luminescent element. which is stated in (1) where compound which is displayedwith (2) aforementioned General Formula (I) has pillar the ball structure and makes feature

compound which possesses (3) aforementioned pillar the ball structure 4, 4, 8and 8 -tetrakis is (1 H-pyrazole -1- yl) pillar the ball and luminescent element. which is stated in(2) which is made feature

(4) aforementioned phosphor light luminescent compound is organometallic complex, it makes feature, (1)- luminescent element. which is stated in (3)

(5) aforementioned phosphor light luminescent compound is ortho metalated complex, it makes feature, (1)- luminescent element. which is stated in (4)

(6)前記りん光発光性化合物がオルトメタル化イリジウム錯体であることを特徴とする(1)~(5)に記載の発光素子。

(7)有機発光層が高分子化合物を含有することを特徴とする(1)~(6)のいずれかに記載の発光素子。

【0009】

なお、本発明の一般式(I)の化合物は特開 2001-3044、特開 2001-43973 および 特開 2000-226573 に記載の化合物に含まれるが、該明細書中にはりん光発光性化合物に関する記載は一切なく、従って該明細書から本発明の発光素子およびその性能を予想することは不可能である。

【0010】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

一般式(I)において、 Z^1 および Z^2 は同一でも異なってもよく、それぞれ窒素原子とともに 5 員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更に別の環と縮合環を形成してもよい。

置換基の例としてはハロゲン原子、脂肪族基、アリール基、ヘテロ環基、シアノ、ニトロ、 $-OR^{101}$ 、 $-SR^{102}$ 、 $-CO_2R^{103}$ 、 $-OCOR^{104}$ 、 $-NR^{105}R^{106}$ 、 $-CONR^{107}R^{108}$ 、 $-SO_2R^{109}$ 、 $-SO_2NR^{110}R^{111}$ 、 $-NR^{112}CONR^{113}R^{114}$ 、 $-NR^{115}CO_2R^{116}$ 、 $-COR^{117}$ 、 $-NR^{118}COR^{119}$ または $-NR^{120}SO_2R^{121}$ が挙げられる。

ここで R^{101} 、 R^{102} 、 R^{103} 、 R^{104} 、 R^{105} 、 R^{106} 、 R^{107} 、 R^{108} 、 R^{109} 、 R^{110} 、 R^{111} 、 R^{112} 、 R^{113} 、 R^{114} 、 R^{115} 、 R^{116} 、 R^{117} 、 R^{118} 、 R^{119} 、 R^{120} および R^{121} はそれぞれ独立に、水素原子、脂肪族基またはアリール基である。

【0011】

置換基としては上記のうちハロゲン原子、脂肪族基、アリール基、 $-OR^{101}$ 、 $-SR^{102}$ 、 $-NR^{105}R^{106}$ 、 $-SO_2R^{109}$ 、 $-NR^{112}CONR^{113}R^{114}$ 、 $-NR^{115}CO_2R^{116}$ 、 $-NR^{118}COR^{119}$ または $-NR^{120}SO_2R^{121}$ であることが好ましく、ハロゲン原子、脂肪族基、アリール基、 $-OR^{101}$ 、 $-SR^{102}$ 、 $-NR^{105}R^{106}$ または $-SO_2R^{109}$ であることがより好ましく、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基、フェノキシ基、ジアルキルアミ

(6) aforementioned phosphor light luminescent compound is ortho metalated iridium complex, it makes feature, (1)-luminescent element. which is stated in (5)

(7) organic light emitting layer contains polymeric compound makes feature, (1) - luminescent element. which is stated in any of (6)

【0009】

Furthermore, compound of General Formula (I) of this invention is included in the compound which is stated in Japan Unexamined Patent Publication 200 1- 3044, Japan Unexamined Patent Publication 200 1- 43973 and Japan Unexamined Patent Publication 2000-226573, but there is not statement regarding phosphor light luminescent compound altogether in said specification, therefore the luminescent element of this invention and expecting its performance are impossible from the said specification.

【0010】

[Embodiment of the Invention]

You explain in detail below, concerning this invention.

In General Formula (I), Z^1 and Z^2 with identical or different, respective nitrogen atom display nonmetal atom group which is necessary in order to form 5 -member ring, this ring has been allowed to have possessed substituent, in addition furthermore to form another ring and fused ring is possible.

You can list halogen atom, aliphatic group, aryl group, heterocyclic group, cyano, nitro, $-OR^{101}$, $-SR^{102}$, $-CO_2R^{103}$, $-OCOR^{104}$, $-NR^{105}R^{106}$, $-CONR^{107}R^{108}$, $-SO_2R^{109}$, $-SO_2NR^{110}R^{111}$, $-NR^{112}CONR^{113}R^{114}$, $-NR^{115}CO_2R^{116}$, $-COR^{117}$, $-NR^{118}COR^{119}$ or $-NR^{120}SO_2R^{121}$ as example of substituent.

R^{101} , R^{102} , R^{103} , R^{104} , R^{105} , R^{106} , R^{107} , R^{108} , R^{109} , R^{110} , R^{111} , R^{112} , R^{113} , R^{114} , R^{115} , R^{116} , R^{117} , R^{118} , R^{119} , R^{120} and R^{121} in respective independence, are hydrogen atom, aliphatic group or aryl group here.

【0011】

It is a halogen atom, aliphatic group, aryl group, $-OR^{101}$, $-SR^{102}$, $-NR^{105}R^{106}$, $-SO_2R^{109}$, $-NR^{112}CONR^{113}R^{114}$, $-NR^{115}CO_2R^{116}$, $-NR^{118}COR^{119}$ or a $-NR^{120}SO_2R^{121}$ among descriptions above as substituent, it is desirable, halogen atom, aliphatic group, aryl group, $-OR^{101}$, $-SR^{102}$, $-NR^{105}R^{106}$ or $-SO_2R^{109}$ is, it is more desirable, it is a halogen atom, alkyl group, aryl group, alkoxy group, phenoxy group, dialkyl amino group, it is more desirable, it is a alkoxy group of aryl group, number of carbon atoms

ノ基であることがより好ましく、ハロゲン原子、炭素原子数 1~10 のアルキル基、炭素原子数 6~10 のアリール基、炭素原子数 1~10 のアルコキシ基であることが更に好ましく、ハロゲン原子、炭素原子数 1~4 のアルキル基であることが最も好ましい。

【0012】

ここで、脂肪族基はアルキル基、アルケニル基、アルキニル基およびアラルキル基を意味する。

【0013】

Z^1 および Z^2 が形成する 5 員環としては含窒素芳香族環が好ましく、例えばピラゾール環、1,2,3-トリアゾール環、1,2,4-トリアゾール環、オキサジアゾール環およびチアジアゾール環がある。

Z^1 および Z^2 として好ましくはピラゾール環、1,2,4-トリアゾール環、オキサジアゾール環およびチアジアゾール環であり、更に好ましくはピラゾール環、1,2,4-トリアゾール環およびオキサジアゾール環であり、最も好ましくはピラゾール環である。

【0014】

好ましい Z^1 および Z^2 の炭素原子数は各々 3~20 であり、更に好ましくは 3~8 であり、更に好ましくは 3~5 である。

【0015】

一般式(I)において L^1 、 L^2 、 L^3 および L^4 は同一でも異なってもよく、それぞれ水素原子、アルキル基(好ましくは炭素数 1~20、より好ましくは炭素数 1~10、より好ましくは炭素数 1~4 であり、例えばメチル、エチル、iso-プロピル、tert-ブチル、n-オクチル、n-デシル、n-ヘキサデシル、シクロプロピル、シクロペンチル、シクロヘキシル、トリフルオロメチルおよびペンタフルオロメチルなどが挙げられる)、アリール基(好ましくは炭素数 6~20、より好ましくは炭素数 6~10 であり、例えばフェニル、p-メチルフェニル、ナフチル、アントラニルなどが挙げられる)または含窒素芳香環基(好ましくは炭素数 1~20、より好ましくは炭素数 1~10、より好ましくは炭素数 1~5 であり、窒素以外のヘテロ原子としては例えば酸素原子、硫黄原子を有し、具体的には例えばイミダゾリル、トリアゾリル、ピラゾリル、ベンズオキサゾリル、ベンズイミダゾリル、ベンズチアゾリルなどが挙げられる)を表し、好ましくは水素原子、炭素数 1~4 のアルキル基、および炭素数 1~5 の含窒素芳香族環基であり、より好ましくは水素原子、メチル、エチル、iso-プロピル、n-プロピル、

1~10 of alkyl group, number of carbon atoms 6~10 of halogen atom, number of carbon atoms 1~10, furthermore it is desirable, it is a alkyl group of halogen atom, number of carbon atoms 1~4, it is most desirable.

【0012】

Here, aliphatic group means alkyl group, alkenyl group, alkynyl group and aralkyl group.

【0013】

nitrogen-containing aromatic ring is desirable as 5 -member ring where Z^1 and Z^2 form, is a for example pyrazole ring, 1,2, 3- triazole ring, 1,2, 4- triazole ring, oxadiazole ring and a thiadiazole ring.

With preferably pyrazole ring, 1,2, 4- triazole ring, oxadiazole ring and thiadiazole ring, furthermore with preferably pyrazole ring, 1,2, 4- triazole ring and the oxadiazole ring, it is a most preferably pyrazole ring as Z^1 and Z^2 .

【0014】

number of carbon atoms of desirable Z^1 and Z^2 each with 3 - 20, furthermore with preferably 3~8, furthermore is preferably 3~5.

【0015】

L^1 、 L^2 、 L^3 and L^4 identical or different, respective hydrogen atom, alkyl group (With preferably carbon number 1~20, more preferably carbon number 1~10, more preferably carbon number 1~4, for example methyl, ethyl, iso-propyl, t-butyl, you can list n-octyl, n-decyl, n-hexadecyl, cyclopropyl, cyclopentyl, cyclohexyl, trifluoromethyl and penta fluoromethyl etc.), aryl group (With preferably carbon number 6~20, more preferably carbon number 6~10, you can list for example phenyl, p-methylphenyl, naphthyl, anthranyl etc.) or display nitrogen-containing aromatic ring (With preferably carbon number 1~20, more preferably carbon number 1~10, more preferably carbon number 1~5, it possesses for example oxygen atom, sulfur atom as heteroatom other than the nitrogen, can list for example imidazolyl, triazolyl, pyrazolyl, benz oxazolyl, benzimidazolyl, benz thiazolyl etc concretely.) in General Formula (I), with alkyl group, of preferably hydrogen atom, carbon number 1~4 and nitrogen-containing aromatic ring group of carbon number 1~5, with more preferably hydrogen atom, methyl, ethyl, iso-propyl, n-propyl, iso-butyl, iso-pentyl, 1-pyrazolyl, 1,2, 4- triazole -1- yl, oxadiazole -1- yl and

iso-ブチル、iso-ペンチル、1-ピラゾリル、1,2,4-トリアゾール-1-イル、オキサジアゾール-1-イルおよびチアジアゾール-1-イルであり、更に好ましくは水素原子、メチル、エチル、iso-プロピル、1-ピラゾリルである。

【0016】

M は金属原子を表し、好ましくは第 3 属金属原子であり、最も好ましくはホウ素原子を表す。

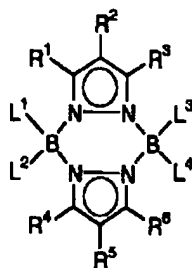
【0017】

一般式(I)で表される化合物のうち好ましくは下記一般式(II)で表されるピラザボール構造を有する化合物である。

【0018】

【化 3】

一般式(II)



≡ (ピラザボール)
str.

【0019】

一般式(II)において R¹、R²、R³、R⁴、R⁵および R⁶ は水素原子または置換基を表し、置換基の例および好ましい範囲としては Z¹ および Z² で挙げたものと同じである。

【0020】

一般式(II)において L¹、L²、L³ および L⁴ は一般式(I)におけるそれと同義であり、好ましい範囲も同一である。

【0021】

一般式(II)で表されるピラザボール化合物のうち、さらに好ましくは下記式で表される 4,4,8,8-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル)ピラザボールである。

【0022】

【化 4】

thiadiazole -1- yl , furthermore it is a preferably hydrogen atom, methyl, ethyl, iso-propyl, 1- pyrazolyl.

【0016】

M displays metal atom, with preferably third being attached metal atom ,displays most preferably boron atom.

【0017】

It is a compound which possesses pillar the ball structure which is displayed withinside preferably below-mentioned General Formula (II) of compound which is displayed with General Formula (I).

【0018】

[Chemical Formula 3]

【0019】

It is same as those where R¹、R²、R³、R⁴、R⁵ and R⁶ display the hydrogen atom or substituent in General Formula (II), list with Z¹ and Z² as example and desirable range of substituent.

【0020】

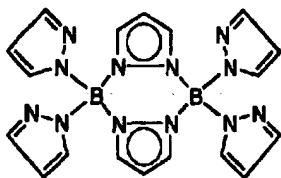
In General Formula (II) as for L¹、L²、L³ and L⁴ that in General Formula (I) and being synonymous, also desirable range is same.

【0021】

Among pillar the ball compound which are displayed with General Formula (II), furthermore 4, 4, 8 and 8 -tetrakis where it is displayed with preferably below-mentioned system it is a (1 H-pyrazole -1- yl) pillar the ball.

【0022】

[Chemical Formula 4]



≡4,4',8,8'-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル) ピラザボール

【0023】

以下に、本発明で用いる一般式(I)で表される化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0024】

【化 5】

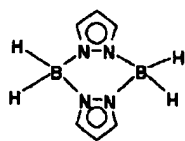
[0023]

Below, embodiment of compound which is displayed with General Formula (I) which is used with this invention is shown, but this invention is not something which is limited in these.

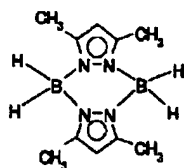
[0024]

[Chemical Formula 5]

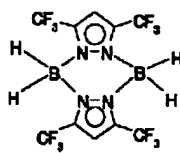
P-1)



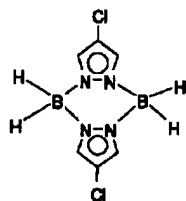
P-2)



P-3)



P-4)



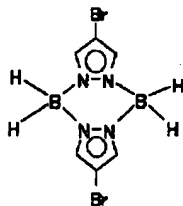
[0025]

[化 6]

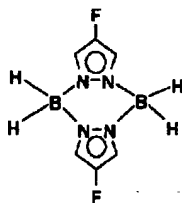
[0025]

[Chemical Formula 6]

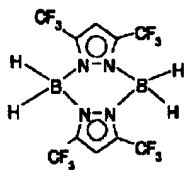
P-5)



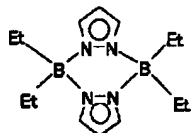
P-6)



P-7)



P-8)



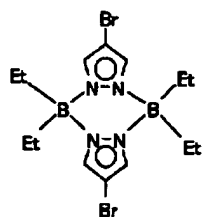
【0026】

【化 7】

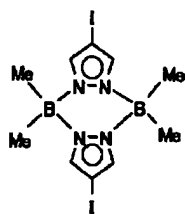
[0026]

[Chemical Formula 7]

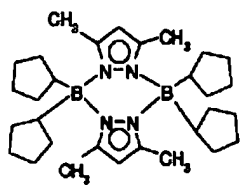
P-9)



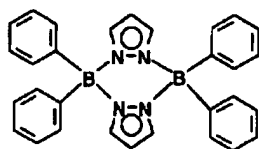
P-10)



P-11)



P-12}



【0027】

【化 8】

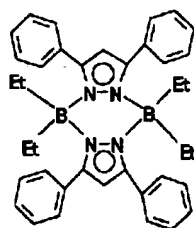
[0027]

[Chemical Formula 8]

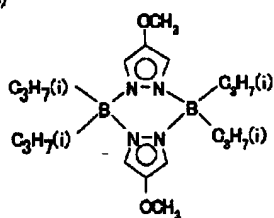
JP2003142265A

2003-5-16

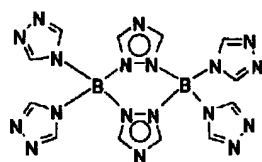
P-13)



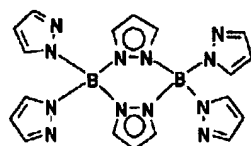
P-14)



P-15)



P-16)



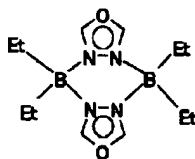
[0028]

[化 9]

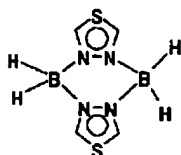
[0028]

[Chemical Formula 9]

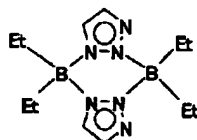
P-17)



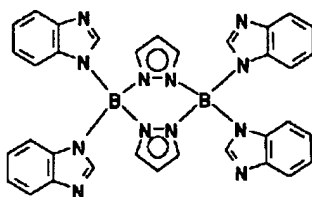
P-18)



P-19)



P-20)



【0029】

本発明におけるりん光発光性化合物は、多重度の異なる項間の遷移に基づく発光(例えば三重項→一重項)が他の物質よりも強いものと定義する。

好ましくは常温におけるりん光量子収率が 25% 以上のものであり、より好ましくは 40% 以上のものであり、さらに好ましくは 60% のものであり、特に好ましくは 80% 以上のものであり、例えば金属を含まない有機化合物や金属-ヘテロ原子

[0029]

As for phosphor light luminescent compound in this invention, light emitting (for example triplet→singlet) which is based on the transition between sections where multiplicity differs strong ones it defines in comparison with other substance .

With those of 25% or more, with those of more preferably 40 % or more, furthermore with those of preferably 60%, with those of particularly preferably 80 % or more, organic compound which does not include for example metal and organometallic complex etc which possesses metal complex,

結合を有する金属錯体、金属-炭素結合を有する有機金属錯体などが挙げられ、下記に記載のオルトメタル化金属錯体などが挙げられる。

次に有機金属錯体について説明する。

有機金属錯体は、例えば「有機金属化学-基礎と応用-Jp150,232 裳華房社山本明夫著(1982年発行)の6ページで定義されているように、金属と有機基が金属-炭素の直接結合により結びついた化合物のことを指す。

次に、本発明で用いるオルトメタル化金属錯体について説明する。

オルトメタル化金属錯体とは、例えば「有機金属化学-基礎と応用-Jp150,232 裳華房社山本明夫著 1982年発行、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」p71-p77,p135-p146 Springer-Verlag社 H.Yersin著 1987年発行等に記載されている化合物群の総称である。

金属錯体の中心金属としては、遷移金属であればいずれのものも使用可能であるが、本発明では、中でも特にロジウム、白金、金、イリジウム、ルテニウム、パラジウム等を好ましく用いることができる。

この中で特に好ましいものはイリジウムである。

【0030】

オルトメタル化金属錯体の金属の価数は特に限定しないが、イリジウムを用いる場合には3価が好ましい。

オルトメタル化金属錯体の配位子は、オルトメタル化金属錯体を形成し得る物であれば特に問わないが、例えば、アリール基置換含窒素ヘテロ環(アリール基の置換位置は含窒素ヘテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、アリール基としては例えばフェニル基、ナフチル基、アントリル基、ピレニル基などが挙げられ、含窒素ヘテロ環としては、例えば、ピリジン、ピリミジン、ピラジン、ピリダジン、キノリン、イソキノリン、キノキサリン、フタラジン、キナゾリン、ナフチリジン、シンノリン、フェナントロリン、ピロール、イミダゾール、ピラゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、チアジアゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾチアジアゾール、フェナントリジンなどが挙げられる)、ヘテロアリール基置換含窒素ヘテロ環(ヘテロアリール基の置換位置は含窒素ヘテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、ヘテロアリール基としては例え

metal-carbon bond which possesses metal-heteroatom connection you can list phosphor light quantum yield in preferably ambient temperature, you can list ortho metalated metal complex etc which is stated on description below.

Next you explain concerning organometallic complex.

organometallic complex, as defined with 6 page of for example "organometal chemistry-fundamentals and application -" p150,232 Shokabo corporation Yamamoto Akio work (1982 issues), metal and organic group points to compound saw which is related by direct bond of metal-carbon.

Next, you explain concerning ortho metalated metal complex which is used with this invention.

ortho metalated metal complex is generic of group of compounds which is stated in for example "organometal chemistry-fundamentals and application -" p150,232 Shokabo corporation Yamamoto Akio work 1982 issue and "Photochemistry and Photophysics of Coordination compounds" p71-p77,p135-p146 Springer-Verlag corporation H.Yersin work 1987 issue etc.

As center metal of metal complex, if it is a transition metal, each ones are usable, but with this invention, especially rhodium, platinum, gold, iridium, ruthenium, palladium etc can be used desirably even among them.

Among these especially desirable ones are iridium.

[0030]

Especially it does not limit valence number of metal of ortho metalated metal complex. When iridium is used, trivalent is desirable.

If it is something which can form ortho metalated metal complex, especially you do not question ligand of ortho metalated metal complex. for example aryl group substitution nitrogen-containing heterocyclic ring (On adjacent carbon of nitrogen-containing heterocyclic ring nitrogen atom, for example phenyl group, naphthyl group, anthryl group, pyrenyl group etc you can list substituted position of aryl group as aryl group, you can list for example pyridine, pyrimidine, pyrazine, pyridazine, quinoline, isoquinoline, quinoxaline, phthalazine, quinazoline, naphthyridine, cinnoline, phenanthroline, pyrrole, imidazole, pyrazole, oxazole, oxadiazole, triazole, thiadiazole, benzimidazole, benzoxazole, benzothiazole, phenanthridine etc as the nitrogen-containing heterocyclic ring.), heteroaryl group substitution nitrogen-containing heterocyclic ring (substituted position of heteroaryl group is listed on adjacent carbon of nitrogen-containing heterocyclic ring nitrogen atom, basis and thienyl group, furyl group etc

ば前記の含窒素ヘテロ環誘導体を含む(チエニル基、フリル基などが挙げられる)、7,8-ベンゾキノリン、ホスフィノアリール、ホスフィノヘテロアリール、ホスフィノキシアリール、ホスフィノキシヘテロアリール、アミノメチルアリール、アミノメチルヘテロアリール等およびこれらの誘導体が挙げられる。

アリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環、ヘテロアリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環、7,8-ベンゾキノリンおよびこれらの誘導体が好ましく、フェニルピリジン、チエニルピリジン、7,8-ベンゾキノリンおよびこれらの誘導体がさらに好ましく、チエニルピリジンおよびその誘導体、7,8-ベンゾキノリンおよびその誘導体が特に好ましい。

[0031]

本発明の化合物は、オルトメタル化金属錯体を形成するのに必要な配位子以外に、他の配位子を有していても良い。

他の配位子としては種々の公知の配位子があるが、例えば、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」Springer-Verlag 社 H.Yersin 著 1987 年発行、「有機金属化学-基礎と応用-」裳華房社山本明夫著 1982 年発行等に記載の配位子が挙げられ、好ましくは、ハロゲン配位子(好ましくは塩素配位子)、含窒素ヘテロ環配位子(例えばビピリジル、フェナントロリンなど)、ジケトン配位子であり、より好ましくは塩素配位子、ビピリジル配位子である。

[0032]

本発明のオルトメタル化金属錯体が有する配位子の種類は 1 種類でも良いし、複数の種類があっても良い。

錯体中の配位子の数は、好ましくは 1~3 種類であり、特に好ましくは 1,2 種類であり、さらに好ましくは 1 種類である。

[0033]

本発明のオルトメタル化金属錯体の炭素数は、好ましくは 5~100、より好ましくは 10~80、さらに好ましくは 14~50 である。

[0034]

本発明のオルトメタル化金属錯体の好ましい形態は、下記一般式(K-I)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体である。

which contain for example aforementioned nitrogen-containing heterocyclic derivative as heteroaryl group.), 7 and 8 -benzo quinoline, phosphino aryl, phosphino heteroaryl, phosphino キ Xia reel and phosphino キシ heteroaryl, aminomethyl aryl, aminomethyl heteroaryl etc and you can list these derivative.

aryl group substitution nitrogen-containing aromatic heterocyclic ring, heteroaryl group substitution nitrogen-containing aromatic heterocyclic ring, 7,8-benzo quinoline and these derivative are desirable, phenyl pyridine, thienyl pyridine, 7,8-benzo quinoline and these derivative furthermore are desirable, the thienyl pyridine and its derivative, 7,8-benzo quinoline and its derivative especially are desirable.

[0031]

compound of this invention, forms ortho metalated metal complex other than ligand which is necessary, is good having possessed other ligand.

There is a ligand of various public knowledge, as other ligand, but you can list ligand which is stated in for example "Photochemistry and Photophysics of Coordination compounds" Springer-Verlag corporation H.Yersin work 1987 issue and "organometal chemistry-fundamentals and application -" Shokabo corporation Yamamoto Akio work 1982 issue etc, the preferably, halogen ligand (preferably chlorine ligand), nitrogen-containing heterocyclic ring ligand (for example bipyridyl, phenanthroline etc), with diketone ligand, it is a more preferably chlorine ligand, bipyridyl ligand.

[0032]

kind of ligand which ortho metalated metal complex of this invention has is good with even 1 kind and, kind of plural is good being.

Quantity of ligand in complex, with preferably 1~3 kinds, with particularly preferably 1, 2 kinds, furthermore is preferably 1 kind.

[0033]

carbon number of ortho metalated metal complex of this invention preferably 5~100, more preferably 10~80, furthermore is the preferably 14~50.

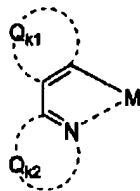
[0034]

morphological form where ortho metalated metal complex of this invention is desirable compound which possesses partial structure which is displayed with below-mentioned General Formula (K-I) or is tautomer.

[0035]

[化 10]

一般式 (K-1)



[0036]

式中、M は遷移金属を表す。

Q_{k1} は 5 員または 6 員の芳香族環を形成するに必要な原子群を表す。

Q_{k2} は 5 員または 6 員の含窒素芳香環を形成するに必要な原子群を表す。

M で表される遷移金属として好ましくは、ロジウム、白金、金、イリジウム、ルテニウム、パラジウムであり、より好ましくはロジウム、白金、イリジウムであり、更に好ましくは白金、イリジウムであり、特に好ましくはイリジウムである。

Q_{k1} で形成される 5 員または 6 員の芳香族環は、芳香族炭化水素環、芳香族ヘテロ環のいずれでもよく、例えばベンゼン、ナフタレン、アントラセン、ピレン、ピリジン、キノリン、イソキノリン、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、チオフェン、フラン、ピロール、ピラゾール、イミダゾール、チアゾール、オキサゾール、チアジアゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、キノキサリン、フタラジン、ナフチリジン、シンノリン、フェナントロリン、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、フェナントリジンなどが挙げられ、好ましくはベンゼン、ナフタレン、ピリジン、キノリン、イソキノリン、チオフェン、フランであり、より好ましくはベンゼン、ナフタレン、ピリジン、キノリン、イソキノリン、チオフェンであり、更に好ましくはベンゼン、ナフタレン、チオフェンである。

[0037]

Q_{k2} で形成される 5 員または 6 員の含窒素芳香環としては、例えばピリジン、キノリン、イソキノリン、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、ピラゾール、イミダゾール、チアゾール、オキサゾール、チアジアゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、キノキサリン、フタラジン、ナフチリジン、シンノリン、フェナントロリン、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、フェナントリジンなどが挙げられ、好ましくはピリジン、キノ

[0035]

[Chemical Formula 10]

[0036]

In Formula, M displays transition metal.

Q_{k1} displays atom group whose 5 -member or 6 -member form aromatic ring are necessary.

Q_{k2} displays atom group whose 5 -member or 6 -member form nitrogen-containing aromatic ring are necessary.

With preferably, rhodium, platinum, gold, iridium, ruthenium, palladium, with more preferably rhodium, platinum, iridium, furthermore with preferably platinum, iridium, it is a particularly preferably iridium as transition metal which is displayed with M.

5 -member or 6 -member where it is formed with Q_{k1} aromatic ring is good with whichever of aromatic hydrocarbon ring, aromatic heterocyclic ring, can list for example benzene, naphthalene, anthracene, pyrene, pyridine, quinoline, isoquinoline, pyridazine, pyrimidine, pyrazine, thiophene, furan, pyrrole, pyrazole, imidazole, thiazole, oxazole, thiadiazole, oxadiazole, triazole, quinoxaline, phthalazine, naphthyridine, cinnoline, phenanthroline, benzothiazole, benzoxazole, benzimidazole, phenanthridine etc, with the preferably benzene, naphthalene, pyridine, quinoline, isoquinoline, thiophene, furan, with more preferably benzene, naphthalene, pyridine, quinoline, isoquinoline, thiophene, furthermore it is a preferably benzene, naphthalene, thiophene.

[0037]

You can list for example pyridine, quinoline, isoquinoline, pyridazine, pyrimidine, pyrazine, pyrazole, imidazole, thiazole, oxazole, thiadiazole, oxadiazole, triazole, quinoxaline, phthalazine, naphthyridine, cinnoline, phenanthroline, benzothiazole, benzoxazole, benzimidazole, phenanthridine etc 5 -member or 6 -member where it is formed with Q_{k2} as nitrogen-containing aromatic ring, with preferably pyridine, quinoline, isoquinoline, pyrazole, pyridazine, with more

リン、イソキノリン、ピラゾール、ピリダジンであり、より好ましくはピリジン、キノリン、イソキノリン、ピラゾールであり、更に好ましくはピリジン、イソキノリン、ピラゾールである。

Q_{k1} 、 Q_{k2} で形成される環は置換基を有してもよく、置換基としては一般式(I)の Z^1 および Z^2 の置換基として挙げたものが適用でき、また好ましい範囲も同様である。

また置換基同士が連結して環を形成しても良い。

また、一般式(K-I)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体は、化合物中に遷移金属を一つ有しても良いし、また、2 つ以上有するいわゆる複核錯体であっても良い。

他の金属原子を同時に含有していても良い。

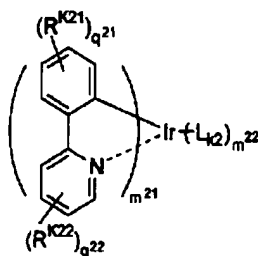
【0038】

一般式(K-I)で表される部分構造を有する化合物のうち、より好ましくは下記一般式(K-II)または(K-III)で表される化合物またはその互変異性体である。

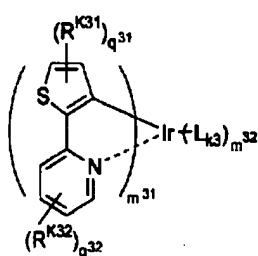
【0039】

【化 11】

一般式 (K-II)



一般式 (K-III)



【0040】

式中、 R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} および R^{k32} はそれぞれ置換基を表す。

q^{21} 、 q^{22} および q^{32} はそれぞれ 0~4 の整数を表し、 q^{31} は 0~2 の整数を表す。

q^{21} 、 q^{22} 、 q^{31} 、 q^{32} が 2 以上の場合、複数の R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} はそれぞれ同一または互いに異なっても良い。

【0041】

R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} で表される置換基としては、例えば一般式(I)における Z_1 および Z_2 の置

preferably pyridine, quinoline, isoquinoline, pyrazole, furthermore it is a preferably pyridine, isoquinoline, pyrazole.

As substituent be able to apply those ring which is formed with the Q_{k1} , Q_{k2} may possess substituent, lists as Z^1 of General Formula (I) and substituent of Z^2 , in addition also desirable range is similar.

In addition substituent connecting, it is good forming ring.

In addition, compound which possesses partial structure which is displayed with General Formula (K-I) or transition metal one it is good possessing the tautomer, in compound and, in addition, 2 or more it is good even with the so-called multinuclear complex which it possesses.

It is good containing other metal atom simultaneously.

【0038】

Among compound which possess partial structure which is displayed with the General Formula (K-I), more preferably below-mentioned General Formula (K-II) or compound which is displayed with (K-III) or it is tautomer.

【0039】

[Chemical Formula 11]

【0040】

In Formula, R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} and R^{k32} display substituent respectively.

q^{21} 、 q^{22} and q^{32} display integer of 0 - 4 respectively, the q^{31} displays integer 0 - 2.

When q^{21} 、 q^{22} 、 q^{31} 、 q^{32} is 2 or more, R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} of plurality is good differingrespective similarly or mutually.

【0041】

It can apply those which you list as substituent of Z_1 and the Z_2 in for example General Formula (I) as substituent which is

換基として挙げたものが適用できる。

R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} は更に置換されてもよい。

また、置換基同士が結合して縮環構造を形成しても良い。

【0042】

R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} としては好ましくはアルキル基、アリール基、ヘテロ環基、アルコキシ基、アリールオキシ基、ハロゲン原子、結合して縮環構造を形成する基が好ましく、より好ましくはアルキル基、アリール基、フッ素原子、結合して芳香族縮環構造を形成する基である。

q^{21} 、 q^{22} 、 q^{31} 、 q^{32} としては0、1、2が好ましく、より好ましくは $q^{21}+q^{22}=0$ 、1、2、 $q^{31}+q^{32}=0$ 、1、2 である。

【0043】

L_{k2} および L_{k3} はそれぞれ配位子を表す。

配位子としては前記オルトメタル化金属錯体を形成するに必要な配位子、およびその他の配位子で説明した配位子が挙げられる。

L_{k2} 、 L_{k3} はオルトメタル化イリジウム錯体を形成するに必要な配位子、含窒素ヘテロ環配位子、ジケトン配位子、ハロゲン配位子が好ましく、より好ましくはオルトメタル化イリジウム錯体を形成するに必要な配位子、ジケトン配位子、ビピリジル配位子である。

【0044】

m^{21} および m^{31} はそれぞれ 1、2、3 を表し、好ましくは 2、3 であり、より好ましくは 3 である。

m^{22} および m^{32} は、それぞれ 0~5 の整数を表し、好ましくは 0、1、2 であり、より好ましくは 0、1 である。

m^{21} と m^{22} 、 m^{31} と m^{32} の数の組み合わせは、一般式(K-II)、(K-III)で表される金属錯体が中性錯体となる数の組み合わせが好ましい。

【0045】

本発明のオルトメタル化金属錯体は一般式(K-I)の繰返し単位をひとつ有する、いわゆる低分子化合物であっても良く、また、一般式(K-I)の繰返し単位を複数個有するいわゆるオリゴマー化合物、ポリマー化合物(平均分子量(Mw: ポリスチレン換算)は好ましくは1000~5000000、より好ましくは2000~1000000、さらに好ましくは3000~100000である。)であって

displayed with R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} .

As for R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} furthermore optionally substitutable.

In addition, substituent connecting, it is good forming condensed ring structure.

【0042】

preferably alkyl group, aryl group, heterocyclic group, alkoxy group, aryloxy group, halogen atom, connecting as R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} , it is a basis where basis which forms condensed ring structure is desirable, more preferably alkyl group, aryl group, fluorine atom, connecting, forms aromatic condensed ring structure.

0, 1 and 2 is desirable as q^{21} 、 q^{22} 、 q^{31} 、 q^{32} , it is a more preferably $q^{21}+q^{22}=0$, 1, 2, $q^{31}+q^{32}=0$, 1, 2.

【0043】

L_{k2} and L_{k3} display ligand respectively.

Aforementioned ortho metalated metal complex is formed can list ligand which with the ligand, and other ligand which are necessary is explained as the ligand.

L_{k2} 、 L_{k3} forms ortho metalated iridium complex ligand, nitrogen-containing heterocyclic ring ligand, diketone ligand, halogen ligand which is necessary is desirable, more preferably ortho metalated iridium complex is formed is ligand, diketone ligand, bipyridyl ligand which is necessary.

【0044】

As for m^{21} and as for m^{31} 1, 2 and 3 is displayed respectively, with preferably 2, 3, it is a more preferably 3.

m^{22} and m^{32} display integer 0 - 5 respectively, with the preferably 0, 1, 2, it is a more preferably 0, 1.

As for combinations of quantity of m^{21} and m^{22} 、 m^{31} and the m^{32} , General Formula (K-II), combinations of a quantity where metal complex which is displayed with (K-III) becomes neutral complex are desirable.

【0045】

repeat unit of General Formula (K-I) one it possesses ortho metalated metal complex of this invention, it is good even with so-called low-molecular weight compound, in addition, it is good even with the so-called, oligomeric compound, polymer compound (average molecular weight (Mw: calculation based on polystyrene) preferably 1000~5000000, more preferably 2000~1000000, furthermore is preferably 3000~100000.) which plurality it possesses repeat unit of

も良い。

本発明で用いるオルトメタル化金属錯体は低分子化合物が好ましい。

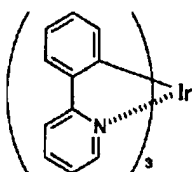
【0046】

次に本発明に用いるりん光発光性有機金属錯体化合物の例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

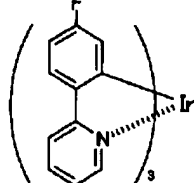
【0047】

【化 12】

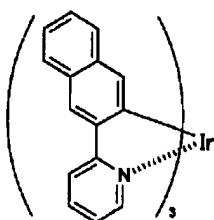
K-1



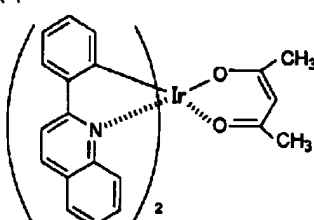
K-2



K-3



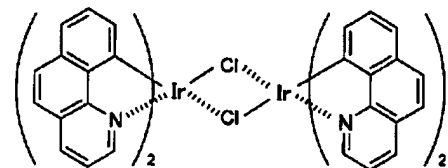
K-4



【0048】

【化 13】

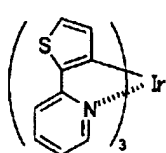
K-5



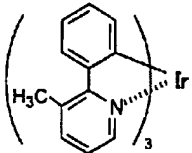
【0048】

[Chemical Formula 13]

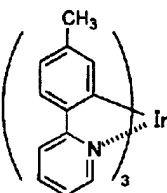
K-6



K-7



K-8



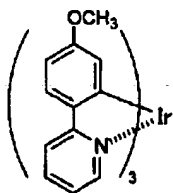
【0049】

【化 14】

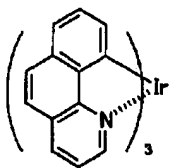
【0049】

[Chemical Formula 14]

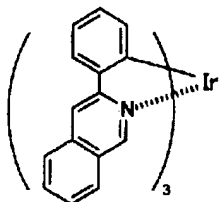
K-9



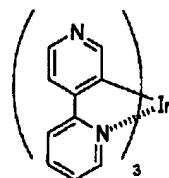
K-10



K-11



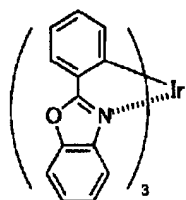
K-12



【0050】

【化 15】

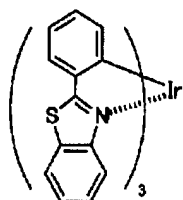
K-13



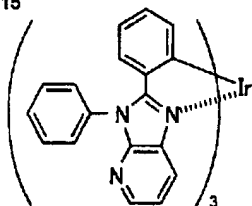
【0050】

[Chemical Formula 15]

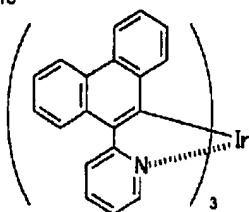
K-14



K-15



K-16



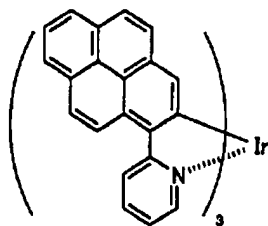
【0051】

【化 16】

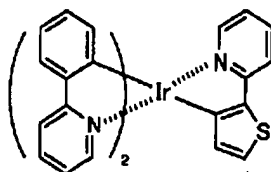
【0051】

[Chemical Formula 16]

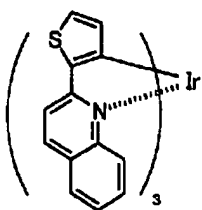
K-17



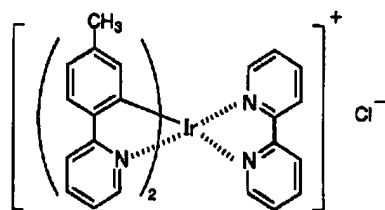
K-18



K-19



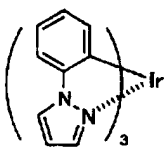
K-20



[0052]

[化 17]

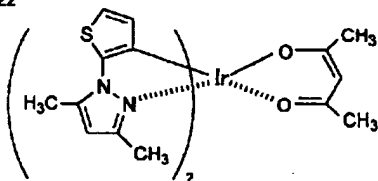
K-21



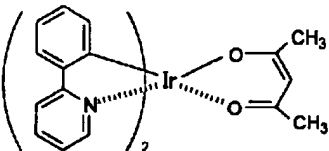
[0052]

[Chemical Formula 17]

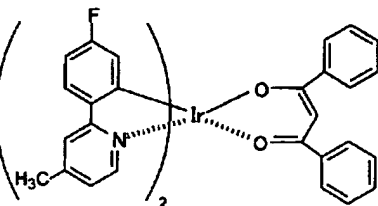
K-22



K-23



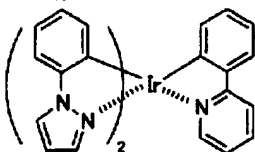
K-24



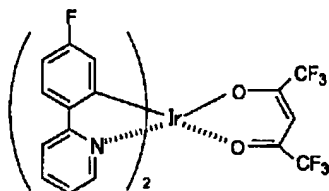
[0053]

【化 18】

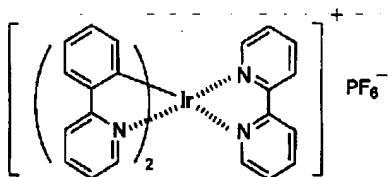
K-25



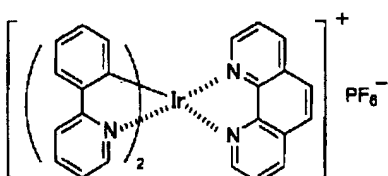
K-26



K-27



K-28



[0054]

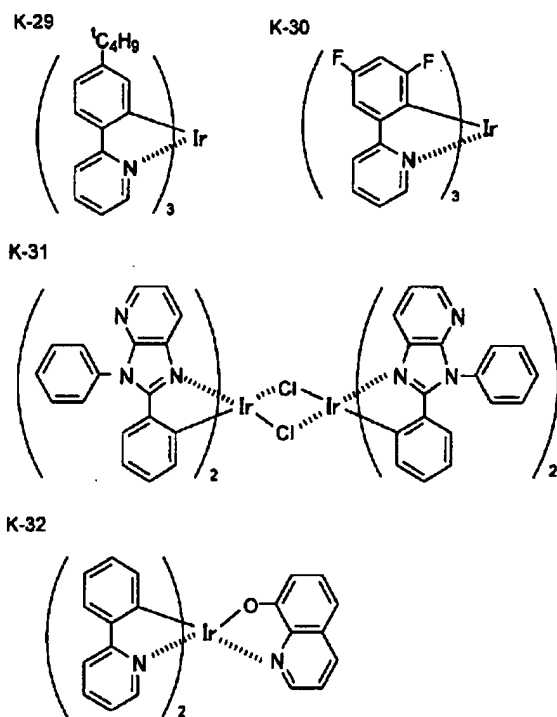
【化 19】

[0053]

[Chemical Formula 18]

[0054]

[Chemical Formula 19]



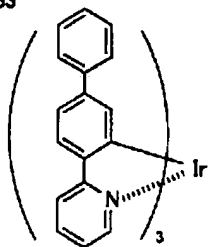
【0055】

【化 20】

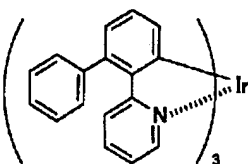
[0055]

[Chemical Formula 20]

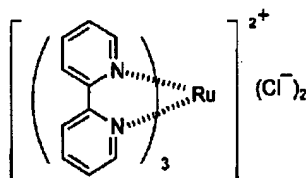
K-33



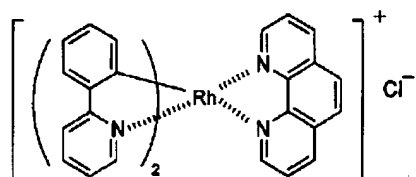
K-34



K-35



K-38



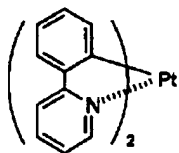
【0056】

【化 21】

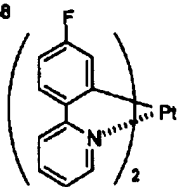
[0056]

[Chemical Formula 21]

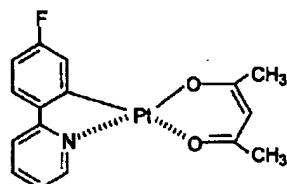
K-37



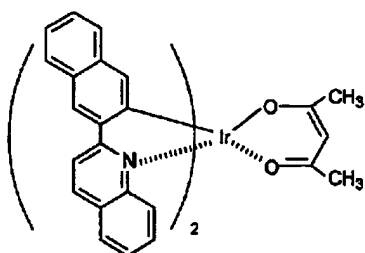
K-38



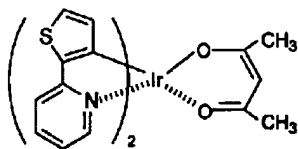
K-39



K-40



K-41



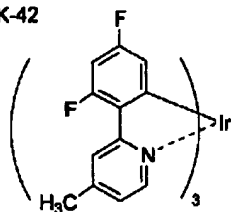
【0057】

【化 22】

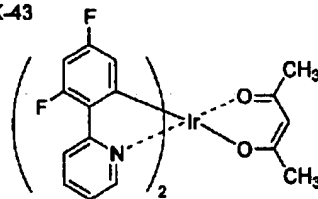
[0057]

[Chemical Formula 22]

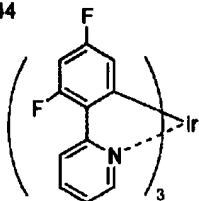
K-42



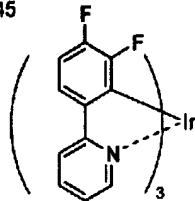
K-43



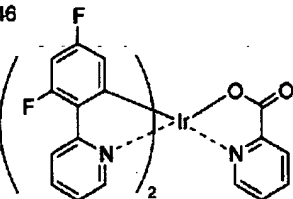
K-44



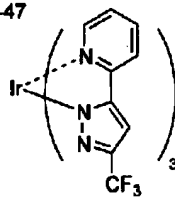
K-45



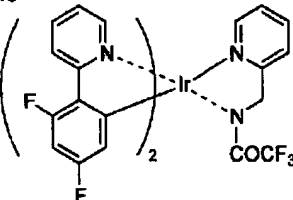
K-46



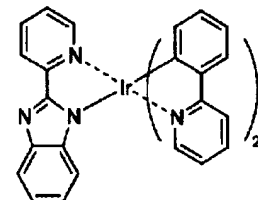
K-47



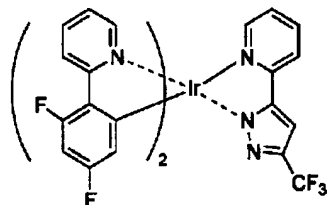
K-48



K-49



K-50



【0058】

本発明で用いるオルトメタル化金属錯体は Inorg.Chem.,1991 年, 30 号, 1685 頁.,同 1988 年, 27 号, 3464 頁.,同 1994 年, 33 号, 545 頁. Inorg.Chim.Acta,1991 年,181 号, 245 頁. J.Organomet.Chem.,1987 年, 335 号, 293 頁.J.Am.Chem.Soc., 1985 年, 107 号, 1431 頁. 等、種々の公知の手法で合成することができる。

[0058]

Inorganic Chemistry (0020 - 1669, INOCAL), 1991, 30 and 1685 page. , same 1988, 27 and 3464 page. , same 1994, 33 and 545 page. In org.Chim.Acta, 1991,181 numbers, 245 page. Journal of Organometallic Chemistry (0022 - 328 X, JORCA), 1,987,335 and 293 page. Journal of the American Chemical Society (0002 - 7863, JACSAT), it can synthesize ortho metalated metal complex which is used with this invention,with technique of various public knowledge such as 1,985,107 and 1,431 page. .

【0059】

本発明で、一般式(I)で表される化合物を含有する有機化合物層とりん光発光性化合物を含有する有機化合物層とは同一であっても、また異なってもよく、好ましくは一般式(I)で表される化合物を含有する有機化合物層とりん光発光性化合物を含有する有機化合物層とが異なる場合である。

また更に好ましくは一般式(I)で表される化合物が発光層と陰極の間の少なくとも一層に含有され、りん光発光性化合物が発光層に含有される場合である。

【0060】

次に、本発明の化合物を含有する発光素子に関して説明する。

本発明の化合物を含有する発光素子の有機層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法などの方法が用いられ、特性面、製造面で抵抗加熱蒸着、コーティング法が好ましい。

【0061】

本発明の発光素子は陽極、陰極の一对の電極間に発光層を含む複数の有機化合物層を形成した素子であり、発光層のほか正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層、保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであってもよい。

各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いることができる。

【0062】

陽極は正孔注入層、正孔輸送層、発光層などに正孔を供給するものであり、金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物などを用いることができ、好ましくは仕事関数が4eV以上の材料である。

具体例としては酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ(ITO)等の導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、さらにこれらの金属と導電性金属酸

【0059】

With this invention, being same as organic compound layer which contains compound which is displayed with General Formula (I) and organic compound layer which contains the phosphor light luminescent compound, in addition when organic compound layer which contains compound which is possible to differ, with preferably General Formula (I) is displayed and organic compound layer which contains phosphor light luminescent compound differ is.

In addition when furthermore compound which is displayed with the preferably General Formula (I) is contained in at least one layer between light emitting layer and cathode, phosphor light luminescent compound is contained in light emitting layer, is.

【0060】

Next, you explain in regard to luminescent element which contains compound of this invention.

formation method of organic layer of luminescent element which contains compound of the this invention is not something which especially is limited. It can use resistance heating evaporation and electron beam, sputtering, molecule lamination method, coating method, ink jet method, printing method, transfer method, electrophotography method or other method, resistance heating evaporation and coating method are desirable in characteristic aspect and production aspect.

【0061】

luminescent element of this invention with element which formed organic compound layer of the plural which includes light emitting layer between pair of electrodes of anode, cathode, may possess other hole injection layer, hole transporting layer, electron-injecting layer, electron transporting layer, protective layer etc of light emitting layer, in addition these each layers may be something which has respective other function.

various material can be used to formation of each layer respectively.

【0062】

anode being something which supplies positive hole to hole injection layer, hole transporting layer, light emitting layer etc, metal, alloy, metal oxide, electrically conductive compound, or be able to use these mixture etc, preferably work function is material of 4 eV or more.

Of tin oxide, zinc oxide, indium oxide, indium tin oxide (ITO) or other electrically conductive metal oxide, or gold, silver, chromium, nickel or other metal, furthermore of these metal and of electrically conductive metal oxide

化物との混合物または積層物、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなどの有機導電性材料、およびこれらと ITO との積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物であり、特に、生産性、高導電性、透明性等の点から ITO が好ましい。

陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常 10nm~5 μ m の範囲のものが好ましく、より好ましくは 50nm~1 μ m であり、更に好ましくは 100nm~500nm である。

【0063】

陽極は通常、ソーダライムガラス、無アルカリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが用いられる。

ガラスを用いる場合、その材質については、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アルカリガラスを用いることが好ましい。

また、ソーダライムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施したものを使用することが好ましい。

基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分であれば特に制限はないが、ガラスを用いる場合には、通常 0.2mm 以上、好ましくは 0.7mm 以上のものを用いる。

陽極の作製には材料によって種々の方法が用いられるが、例えば ITO の場合、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法(ソルゲル法など)、酸化インジウムスズの分散物の塗布などの方法で膜形成される。

陽極は洗浄その他の処理により、素子の駆動電圧を下げたり、発光効率を高めることも可能である。

例えば ITO の場合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的である。

【0064】

陰極は電子注入層、電子輸送層、発光層などに電子を供給するものであり、電子注入層、電子輸送層、発光層などの負極と隣接する層との密着性やイオン化ポテンシャル、安定性等を考慮して選ばれる。

陰極の材料としては金属、合金、金属ハロゲン化合物、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物を用いることができ、具体例とし

lamination etc of mixture or you can list lamination, copper iodide, copper sulfide or other inorganic electrically conductive substance, polyaniline, polythiophene, polypyrrole or other organic electrically conductive material, and these and ITO as embodiment, with preferably, electrically conductive metal oxide, especially, the ITO is desirable from productivity, high electrical conductivity, transparency or other point.

film thickness of anode is as needed selectable with material, but those of range of usually 10 nm~5 μ m are desirable, with the more preferably 50 nm~1 μ m, furthermore it is a preferably 100 nm~500 nm.

【0063】

As for anode it can use those which usually, layer-forming are done on soda lime glass, nonalkaline glass, transparent resin substrate or other.

When glass is used, in order to decrease leaching ion from glass concerning material, nonalkaline glass is used, it is desirable.

In addition, when soda lime glass is used, uses those which administer the silica or other barrier coating is desirable.

If thickness of substrate, although mechanical strength is maintained, is the fully, there is not especially restriction. When glass is used, those of usually 0.2 mm or greater, preferably 0.7 mm or greater are used.

It can use to production of anode various methods with material, but in case of for example ITO, electron beam method, sputtering method, resistance heating vapor deposition method, chemical reaction method (sol-gel method etc), film formation it is done with the application or other method of dispersion of indium tin oxide.

Also it is possible anode to lower drive voltage of element with washing other treatments, to raise light emission efficiency.

In case of for example ITO, UV-ozone treatment, plasma treatment etc is effective.

【0064】

cathode is chosen being something which supplies electron to the electron-injecting layer, electron transporting layer, light emitting layer etc, considering adhesion and ionization potential, stability etc of electron-injecting layer, electron transporting layer, light emitting layer or other negative electrode and adjacent layers.

metal, alloy, metal halide, metal oxide, electrically conductive compound, or be able to use these mixture as material of cathode, the alkali metal (for example Li, Na, K,

てはアルカリ金属(例えばLi, Na, K, Cs等)及びそのフッ化物、酸化物、アルカリ土類金属(例えばMg, Ca等)及びそのフッ化物、酸化物、金、銀、鉛、アルミニウム、ナトリウム-カリウム合金またはそれらの混合金属、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属、インジウム、イッテルビウム等の希土類金属等が挙げられ、好ましくは仕事関数が4eV以下の材料であり、より好ましくはアルミニウム、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属等である。

陰極は、上記化合物及び混合物の単層構造だけでなく、上記化合物及び混合物を含む積層構造を取ることできる。

陰極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10nm~5 μ mの範囲のものが好ましく、より好ましくは50nm~1 μ mであり、更に好ましくは100nm~1 μ mである。

陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用いられ、金属を単体で蒸着することも、二成分以上を同時に蒸着することもできる。

さらに、複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調製した合金を蒸着させてもよい。

陽極及び陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、数百 Ω /□以下が好ましい。

【0065】

発光層の材料は、電界印加時に陽極または正孔注入層、正孔輸送層から正孔を注入することができると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を注入することができる機能や、注入された電荷を移動させる機能、正孔と電子の再結合の場を提供して発光させる機能を有する層を形成することができるものであれば何でもよい。

好ましくは発光層に本発明のオルトメタル化金属錯体を含有するものであるが、他の発光材料を併用して用いることもできる。

例えばベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾチアゾール、スチリルベンゼン、ポリフェニル、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、ナフタルイミド、クマリン、ペリレン、

Cs etc) and its fluoride, oxide, alkaline earth metal (for example Mg, Ca etc) and its fluoride, oxide, gold, silver, lead, aluminum, sodium-potassium alloy or be able to list those mixed metal, lithium-aluminum alloys or those mixed metal, magnesium-silver alloy or those mixed metal, indium, ytterbium or other rare earth metal etc as the embodiment, preferably work function with material of 4 eV or less, It is a more preferably aluminum, lithium-aluminum alloy or those mixed metal, magnesium-silver alloy or those mixed metal etc.

cathode not only an above-mentioned compound or a monolayer structure of mixture, can also take above-mentioned compound and laminated structure which includes mixture.

film thickness of cathode is as needed selectable with material, but those of range of usually 10 nm~5 μ m are desirable, with the more preferably 50 nm~1 μ m, furthermore it is a preferably 100 nm~1 μ m.

It can use to production of cathode electron beam method, sputtering method, resistance heating vapor deposition method, coating method or other method, metal also vapor deposition to do, simultaneously vapor deposition it is possible two components or more with unit to do.

Furthermore, vapor deposition doing metal of plural simultaneously, also being possible to form alloy electrode, vapor deposition it is possible to do alloy which in addition it manufactures beforehand.

As for sheet resistance of anode and cathode low direction is desirable, several hundred Ω /square or below is desirable.

【0065】

If material of light emitting layer, as at time of electric field imparting positive hole can be filled from anode or hole injection layer, hole transporting layer, electron can be filled from cathode or electron-injecting layer, electron transporting layer offering place of recombination of function, positive hole and electron which charge which functioned and was filled and move, is something which can form layer which possesses function which light emitting is done, it is good anything.

It is something which contains ortho metalated metal complex of this invention in preferably light emitting layer, but jointly using other light-emitting material, it is possible also to use.

You can list, polythiophene, polyphenylene, polyphenylene vinylene, polythienylene vinylene or other polymer compound etc such as for example benzoxazole, benzimidazole, benzothiazole, styryl benzene,

ペリノン、オキサジアゾール、アルダジン、ピラジン、シクロペンタジエン、ビスチリルアントラセン、キナクリドン、ピロピリジン、チアジアゾロピリジン、シクロペンタジエン、ステリルアミンおよびこれらの誘導体、芳香族ジメチリデン化合物、8-キノリノールおよびその誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体等、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレンビニレン、ポリチエニレンビニレン等のポリマー化合物等が挙げられる。

発光層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常 $1\text{nm}\sim 5\mu\text{m}$ の範囲のものが好ましく、より好ましくは $5\text{nm}\sim 1\mu\text{m}$ であり、更に好ましくは $10\text{nm}\sim 500\text{nm}$ である。

発光層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)、LB法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法などの方法が用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着、コーティング法である。

【0066】

正孔注入層、正孔輸送層の材料は、陽極から正孔を注入する機能、正孔を輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。

その具体例としては、カルバゾール、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、イミダゾール、ポリアリールアルカン、ピラゾリン、ピラゾロン、フェニレンジアミン、アリールアミン、アミノ置換カルコン、ステリルアントラセン、フルオレノン、ヒドラゾン、ステルベン、シラザンおよびこれらの誘導体、芳香族第三級アミン化合物、ステリルアミン化合物、芳香族ジメチリデン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ(N-ビニルカルバゾール)およびその誘導体、アニリン系共重合体、チオフェンオリゴマー、ポリチオフェン等の導電性高分子オリゴマー、カーボン膜等が挙げられる。

正孔注入層、正孔輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常 $1\text{nm}\sim 5\mu\text{m}$ の範囲のものが好ましく、より好ましくは $5\text{nm}\sim 1\mu\text{m}$ であり、更に好ましくは $10\text{nm}\sim 500\text{nm}$ である。

正孔注入層、正孔輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層から

polyphenyl, biphenyl butadiene, tetra phenyl butadiene, naphthalimide, coumarin, perylene, perinone, oxadiazole, aldazine, pillar lysine, cyclopentadien, bisstyryl anthracene, quinacridone, pyrrolo pyridine, thia diazolo pyridine, cyclopentadien, styryl amine and these derivative, aromatic dimethylidene compound, 8-quinolinol and metal complex of its derivative and various metal complex which are represented in the rare earth complex.

film thickness of light emitting layer is not something which especially is limited. Usually, those of range of $1\text{nm}\sim 5\mu\text{m}$ are desirable, with the more preferably $5\text{nm}\sim 1\mu\text{m}$, furthermore it is a preferably $10\text{nm}\sim 500\text{nm}$.

formation method of light emitting layer is not something which especially is limited. resistance heating evaporation and electron beam, sputtering, molecule lamination method, coating method (spin coating method, casting method, dip coating method etc), it can use LB method, ink jet method, printing method, transfer method, electrophotography method or other method, it is a preferably resistance heating evaporation and a coating method.

【0066】

material of hole injection layer, hole transporting layer any of function which if electron which was filled from function, transport positive hole function and the cathode which fill positive hole from anode barrier is done something which it has possessed it should have been.

As embodiment, you can list carbazole, triazole, oxazole, oxadiazole, imidazole, poly aryl alkane, pyrazoline, pyrazolone, phenylenediamine, aryl amine, amino substitution chalcone, styryl anthracene, fluorenone, hydrazone, stilbene, silazane and these derivative, aromatic tertiary amine compound, styryl amine compound, aromatic dimethylidene compound, porphyrins compound, polysilane compound, poly (N- vinyl carbazole) and its derivative, aniline copolymer, thiophene oligomer, polythiophene or other conductive polymer oligomer, carbon film etc.

film thickness of hole injection layer, hole transporting layer is not something which especially is limited. Usually, those of range of $1\text{nm}\sim 5\mu\text{m}$ are desirable, with the more preferably $5\text{nm}\sim 1\mu\text{m}$, furthermore it is a preferably $10\text{nm}\sim 500\text{nm}$.

hole injection layer, hole transporting layer is good even with monolayer structure which consists of the one, two or more kinds of material which description above is done and, it

なる多層構造であってもよい。

正孔注入層、正孔輸送層の形成方法としては、真空蒸着法、LB 法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法、前記正孔注入輸送剤を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)などが用いられる。

コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキシド、ポリブタジエン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS 樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などが挙げられる。

[0067]

電子注入層、電子輸送層の材料は、陰極から電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から注入された正孔を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。

その具体例としては、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、フルオレノン、アントラキノジメタン、アントロン、ジフェニルキノ、チオピランジオキシド、カルボジイミド、フルオレニリデンメタン、ジスチリルピラジン、ナフタレンやペリレン等の芳香環テトラカルボン酸無水物、フタロシアンニンおよびこれらの誘導体、8-キノリノールおよびその誘導体の金属錯体やメタルフタロシアンニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種金属錯体等が挙げられる。

電子注入層、電子輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常 1nm~5 μ m の範囲のものが好ましく、より好ましくは 5nm~1 μ m であり、更に好ましくは 10nm~500nm である。

電子注入層、電子輸送層は上述した材料の 1 種または 2 種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

is goodeven with multilayer structure which consists of multiple layers of same composition or different kind composition.

As formation method of hole injection layer, hole transporting layer, vacuum vapor deposition method, LB method, ink jet method, printing method, transfer method, electrophotography method, aforementioned positive hole injection carrier in solvent melting or dispersing, or it can use method (spin coating method, casting method, dip coating method etc) etc which coating it does.

In case of coating method, with resin component it melts or disperses, or it to be possible, for example polyvinyl chloride, polycarbonate, polystyrene, polymethylmethacrylate, poly butyl methacrylate, polyester, polysulfone, polyphenylene oxide, polybutadiene, poly (N- vinyl carbazole), you can list hydrocarbon resin, ketone resin, phenoxy resin, polyamide, ethyl cellulose, vinyl acetate, ABS resin, polyurethane, melamine resin, unsaturated polyester resin, alkyd resin, epoxy resin, silicon resin etc as the resin component.

[0067]

material of electron-injecting layer, electron transporting layer any of function which if positive hole which was filled from function, transport electron function and the anode which fill electron from cathode barrier is done something which it has possessed it should have been.

As embodiment, triazole, oxazole, oxadiazole, fluorenone, anthraquinone G methane, anthrone, biphenyl quinones, thiopyran dioxide, carbodiimide, fluorenylidene methane, di styryl pyrazine, naphthalene and perylene or other aromatic ring tetracarboxylic acid anhydrous ones, you can list phthalocyanine and these derivative, 8-quinolinol and metal complex and metal phthalocyanine, benzoxazole of its derivative and various metal complex etc which are represented in metal complex which designates benzothiazole as ligand.

film thickness of electron-injecting layer, electron transporting layer is not something which especially is limited. Usually, those of range of 1 nm~5 μ m are desirable, with the more preferably 5 nm~1 μ m, furthermore it is a preferably 10 nm~500 nm.

electron-injecting layer, electron transporting layer is good even with monolayer structure which consists of the one, two or more kinds of material which description above is done and, it is goodeven with multilayer structure which consists of multiple layers of same composition or different kind composition.

電子注入層、電子輸送層の形成方法としては、真空蒸着法、LB 法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法、前記電子注入輸送剤を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)などが用いられる。

コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、正孔注入輸送層の場合に例示したものが適用できる。

【0068】

保護層の材料としては水分や酸素等の素子劣化を促進するものが素子内に入ることを抑止する機能を有しているものであればよい。

その具体例としては、In、Sn、Pb、Au、Cu、Ag、Al、Ti、Ni 等の金属、MgO、SiO、SiO₂、Al₂O₃、GeO、NiO、CaO、BaO、Fe₂O₃、Y₂O₃、TiO₂等の金属酸化物、SiNx、SiNxOy等の窒化物、MgF₂、LiF、AlF₃、CaF₂等の金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレア、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンとの共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも1種のモノマーとを含むモノマー混合物を共重合させて得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フッ素共重合体、吸水率 1%以上の吸水性物質、吸水率 0.1%以下の防湿性物質等が挙げられる。

保護層の形成方法についても特に限定はなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、MBE(分子線エピタキシ)法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法(高周波励起イオンプレーティング法)、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、ガスソースCVD法、コーティング法、インクジェット法、印刷法、転写法を適用できる。

【0069】

【実施例】

以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれにより限定されるものではない。

実施例 1

As formation method of electron-injecting layer, electron transporting layer, vacuum vapor deposition method, LB method, ink jet method, printing method, transfer method, electrophotography method, aforementioned electron implantation carrier in solvent melting or dispersing, or it can use method (spin coating method, casting method, dip coating method etc) etc which coating it does.

In case of coating method, with resin component it melts or disperses, or it to be possible, as resin component in case of for example positive hole injection transporting bed it can apply those which were illustrated.

【0068】

If it should have been something which has possessed function where those which promote moisture or oxygen or other element degradation as material of protective layer go into element and control.

As embodiment, copolymer, tetrafluoroethylene of In, Sn, Pb, Au, Cu, Ag, Al, Ti, Ni or other metal, MgO, SiO, SiO₂, Al₂O₃, GeO, NiO, CaO, BaO, Fe₂O₃, Y₂O₃, TiO₂ or other metal oxide, SiN_x, SiN_xO_y or other nitride, MgF₂, LiF, AlF₃, CaF₂ or other metal fluoride, polyethylene, polypropylene, polymethylmethacrylate, polyimide, polyurea, polytetrafluoroethylene, poly chlorotrifluoroethylene, poly dichlorodifluoroethylene, chlorotrifluoroethylene and dichlorodifluoroethylene and copolymerizing monomer mixture which includes comonomer of at least 1 kind, moisture-proofing property substance etc of the water-absorbing substance, moisture absorption 0.1 % or less of fluorine containing copolymer, moisture absorption 1 % or more which possesses ring structure in copolymer, copolymerization main chain which is acquired you can list.

Concerning formation method of protective layer there is not especially limitation, for example vacuum vapor deposition method, sputtering method, reactive sputtering method, MBE (molecular beam epitaxy タキシ) method and cluster ion beam method, ion plating method, plasma polymerization method (high frequency excitation ion plating method), can apply plasma CVD method, laser CVD method, thermal CVD method, gas source CVD method, coating method, ink jet method, printing method, transfer method.

【0069】

[Working Example(s)]

Listing Working Example below, you explain this invention concretely, but the this invention is not something which is limited because of this.

Working Example 1

洗浄した 25mm×25mm×0.7mm のガラス基板上に ITO を 150nm の厚さで製膜したもの(東京三容真空(株)製)を透明支持基板とした。

この透明支持基板をエッチング、洗浄後、テトラキス(4-ジフェニルアミノフェニル)シラン約 50nm、表 1 記載の発光層(ホスト材料と発光材料の質量比は、およそ 94:6)を約 36nm、下記化合物 A 約 36nm をこの順に 10^{-3} ~ 10^{-4} Pa の真空中で、基板温度室温の条件下蒸着した。

有機薄膜上にパターニングしたマスク(発光面積が 5mm×4mm となるマスク)を設置し、蒸着装置内でマグネシウム:銀=10:1 を 250nm 共蒸着した後、更に銀 300nm を蒸着し、EL 素子 No.101~116 を作製した。

東陽テクニカ製ソースメジャーユニット 2400 型を用いて、直流定電圧を EL 素子に印加し発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計 BM-8、また発光波長については浜松ホトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。

その結果を表 1 に示す。

【0070】

【表 1】

On glass substrate of 25 mm X 25 mm X 0.7 mm which you washed ITO thing (Tokyo three permitting/inserting vacuum Ltd. make) which film manufacture is done was designated as transparent supporting substrate with thickness of 150 nm.

This transparent supporting substrate after etching, washing, light emitting layer (mass ratio of host material and light-emitting material approximately 94: 6) which is stated in the tetrakis (4 -diphenylamino phenyl) silane approximately 50 nm, Table 1 approximately 36 nm, below-mentioned compound A approximately 36 nm 10^{-3} ~ 10^{-4} Pa in vacuum, vapor deposition under condition of substrate temperature room temperature were done in this order.

mask (mask where light-emitting surface area becomes 5 mm X 4 mm) which patterning is done was installed on organic thin film, 250 nm codeposition after doing magnesium: silver=10:1, furthermore silver 300 nm vapor deposition was done inside vapor deposition equipment, EL device No.101~116 was produced.

Making use of Toyo Technica make source measure unit 2400 type, imparting it did the direct current constant voltage in EL device and light emitting did, it measured making use of the Hamamatsu Photonics K.K. (DB 69-058-7670) supplied spectrum analyzer PMA-11 brightness concerning brightness meter BM-8, and light emitting wave length of Topcon corporation.

Result is shown in Table 1.

【0070】

【Table 1】

表 1

素子No.	ホスト材料	発光材料	発光波長 λ_{max} (nm)	素子作成直後の発光特性 印加電圧 12Vでの輝度 (cd/m ²)	外部量子効率 (%)	85℃保存後の発光特性 印加電圧 12Vでの輝度 (cd/m ²)	発光面状*	備考
101	CBP	K-1	513	36600	8.1	11700	×	比較例
102	CBP	K-2	488	8200	6.4	3000	×	比較例
103	CBP	K-30	468	4000	1.8	800	×	比較例
104	CBP	K-50	484	180	0.6	8	×	比較例
105	P-2	K-1	514	38400	8.8	30200	○	本発明
106	P-2	K-2	489	8900	7.1	7000	○	本発明
107	P-2	K-30	489	8200	4.2	6300	○	本発明
108	P-2	K-50	483	4100	4.1	3400	○	本発明
109	P-8	K-1	514	38700	9.5	29600	○	本発明
110	P-8	K-2	488	9100	7.1	7000	○	本発明
111	P-8	K-30	487	9800	4.7	8100	○	本発明
112	P-8	K-50	484	4300	4.5	3300	○	本発明
113	P-16	K-1	513	40200	10.3	36000	○	本発明
114	P-16	K-2	487	9800	8.2	8500	○	本発明
115	P-16	K-30	488	10300	4.8	8600	○	本発明
116	P-16	K-50	483	5100	5.8	4600	○	本発明
117	-	P-16	424	282	0.3	3	×	比較例

* ○ : ダークスポット (未発光部) 発生小、× : ダークスポット発生大

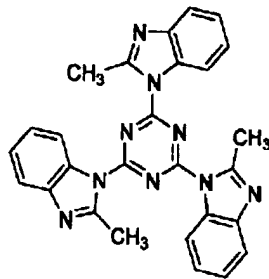
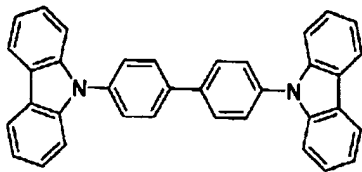
【0071】

【0071】

【化 23】

[Chemical Formula 23]

CBP(Applied Physics Letters, 75, 4(1999)に記載)



化合物 A

【0072】

また、これらの素子をアルゴンガスで置換したオートクレーブ中に封入し、85 deg C の加熱条件下 3 日間保存した後に、同様の輝度測定・および発光面状観察を行った結果も表 1 に示す。

表 1 の結果から、文献化合物である CBP をホスト材料に用いた比較用の素子 (素子 No.101~104) では作成直後の輝度および外部量子効率が低く、高温保存した後に大幅な輝度低下およびダークスポットの発生が見られるのに対し、本発明のホスト材料を用いた素子 (素子 No.105~116) では作成直後の輝度および外部量子効率が良好であり、また高温保存した後の輝度低下は少なく、発光面状も良好であり、作成直後の発光特性と保存耐久性ともに優れていることが分かる。

また、本発明の素子 No.116 からりん光発光性化合物を除いた素子 No.117 では十分な輝度が得られず外部量子効率も低かった。

【0073】

実施例 2. 洗浄した 25mm×25mm×0.7mm のガラス基板上に ITO を 150nm の厚さで製膜したもの (東京三容真空 (株) 製) を透明支持基板とした。

【0072】

In addition, it encloses in autoclave which substitutes these element with argon gas, under heating condition of 85 deg C 3 -day period after retaining, similar brightness measurement * and it shows also result of doing light-emitting surface condition observation in Table 1.

After from result of Table 1, with element (element No.101~104) for comparison which uses CBP which is a literature compound for host material brightness and the outside quantum efficiency immediately after drawing up are low, high temperature storage doing, with the element (element No.105~116) which uses host material of this invention vis-a-vis being able to see occurrence of large brightness decrease and dark spot, brightness and the outside quantum efficiency immediately after drawing up being satisfactory, In addition high temperature storage after doing, brightness decrease is little, also light-emitting surface condition being satisfactory, both light emitting quality and storage durability immediately after drawing up is superior, understands.

In addition, with element No.117 which excludes phosphor light luminescent compound from element No.116 of this invention sufficient brightness was not acquired and also outside quantum efficiency was low.

【0073】

Working Example 2. on glass substrate of 25 mm X 25 mm X 0.7 mm which were washed ITO the thing (Tokyo three permitting/inserting vacuum Ltd. make) which film manufacture is done was designated as transparent supporting

た。

この透明支持基板をエッチング、洗浄後、テトラキス(4-ジフェニルアミノフェニル)シラン約50nm、下記化合物 B と発光材料からなる表 2 記載の発光層(化合物 B と発光材料の質量比は、およそ 94:6)を約 36nm、表 2 記載の電子輸送材料約 18nm、化合物 C18nm をこの順に 10^{-3} ~ 10^{-4} Pa の真空中で、基板温度室温の条件下蒸着した。

有機薄膜上にパターンニングしたマスク(発光面積が 5mm×4mm となるマスク)を設置し、蒸着装置内でマグネシウム:銀=10:1 を 250nm 共蒸着した後、更に銀 300nm を蒸着し、EL 素子 No.201~216 を作製した。

【0074】

得られた各発光素子に実施例 1 と同様の測定および評価を行なった。

結果を表 2 に示す。

【0075】

【表 2】

表 2

素子 No.	発光材料	電子輸送材料	素子作成直後の発光特性				85℃保存後の発光特性		備考
			発光波長 λ_{max} (nm)	最低駆動電圧 (V)	印加電圧 12V での輝度 (cd/m ²)	外部量子効率 (%)	印加電圧 12V での輝度 (cd/m ²)	発光面状 **	
201	K-1	化合物 C*	514	7	38200	8.6	10900	×	比較例
202	K-2	化合物 C*	489	8	8400	6.6	2700	×	比較例
203	K-30	化合物 C*	487	6	4400	1.6	760	×	比較例
204	K-50	化合物 C*	484	8	190	0.5	8	×	比較例
205	K-1	P-2	513	5	39600	9.1	27600	○	本発明
206	K-2	P-2	488	5	8900	7.1	6000	○	本発明
207	K-30	P-2	469	5	8300	4.8	5600	○	本発明
208	K-50	P-2	464	5	4500	4.4	3000	○	本発明
209	K-1	P-8	513	4	40100	9.8	26900	○	本発明
210	K-2	P-8	488	4	9200	7.7	6100	○	本発明
211	K-30	P-8	466	5	9900	6.6	6200	○	本発明
212	K-50	P-8	463	5	4900	5.1	3000	○	本発明
213	K-1	P-16	514	4	40800	10.8	27100	○	本発明
214	K-2	P-16	489	4	10600	8.8	7600	○	本発明
215	K-30	P-16	486	4	11000	5.4	7400	○	本発明
216	K-50	P-16	463	4	5100	5.9	3500	○	本発明

* 電子輸送材料の欄が化合物 C の素子 No. 201~204 は、素子における化合物 C 層の合計膜厚は 36 nm

** ○：ダークスポット（未発光部）発生小、×：ダークスポット発生大

【0076】

substrate with the thickness of 150 nm.

This transparent supporting substrate after etching, washing, electron-transporting material approximately 18 nm, compound C18 nm which state light emitting layer (mass ratio of compound B and light-emitting material approximately 94:6) which is stated in tetrakis (4 -diphenylamino phenyl) silane approximately 50 nm, below-mentioned compound B and Table 2 which consists of the light-emitting material in approximately 36 nm, Table 2 10^{-3} ~ 10^{-4} Pa in vacuum, vapor deposition under condition of substrate temperature room temperature were done in this order.

mask (mask where light-emitting surface area becomes 5 mm X 4 mm) which patterning is done was installed on organic thin film, 250 nm codeposition after doing magnesium: silver=10:1, furthermore silver 300 nm vapor deposition was done inside vapor deposition equipment, EL device No.201~216 was produced.

【0074】

Measurement and evaluation which are similar to Working Example 1 in each luminescent element which it acquires were done.

Result is shown in Table 2.

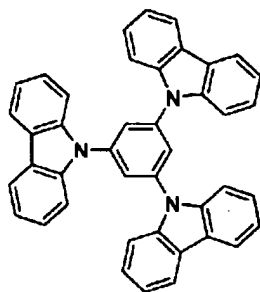
【0075】

[Table 2]

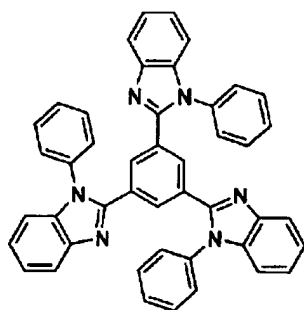
【0076】

【化 24】

[Chemical Formula 24]



化合物B



化合物C

(特開平 10-92578号に記載の化合物)

【0077】

表 2 の結果から、比較化合物である化合物 C を電子輸送材料に用いた比較用の素子 (素子 No.201~204) では作成直後の輝度および外部量子効率が低く、高温保存した後に大幅な輝度低下およびダークスポットの発生が見られるのに対し、本発明の電子輸送材料を用いた素子 (素子 No.205~216) では作成直後の輝度および外部量子効率が良好であり、また最低駆動電圧も低く、更に高温保存した後の輝度低下は少なく、発光面状も良好であり、作成直後の発光特性と保存耐久性とともに優れていることが分かる。

【0078】

実施例 3. 実施例 1 と同様にエッチング、洗浄した ITO ガラス基板上に、40mg のポリ(N-ビニルカルバゾール(PVK))、12mg の 2-(4-tert-ブチルフェニル)-5-(4-ビフェニル)-1,3,4-オキサジア

【0077】

After from result of Table 2, with element (element No.201~204) for comparison which uses compound C which is a comparative compound for electron-transporting material brightness and the outside quantum efficiency immediately after drawing up are low, high temperature storage doing, with the element (element No.205~216) which uses electron-transporting material of this invention vis-a-vis being able to see occurrence of large brightness decrease and dark spot, brightness and the outside quantum efficiency immediately after drawing up being satisfactory, In addition also minimum drive voltage is low, furthermore high temperature storage after doing, brightness decrease is little, also light-emitting surface condition being satisfactory, both light emitting quality and storage durability immediately after drawing up is superior, understands.

【0078】

In same way as Working Example 3. Working Example 1 etching, on ITO glass substrate which was washed, poly of 40 mg (N-vinyl carbazole (PVK)), solution which melts 2-(4-tert-butyl phenyl)-5-(4-biphenyl)-1,3,4-oxadiazole

ゾール(PBD)、1mg の K-1 を 1,2-ジクロロエタン 3ml に溶解した溶液をスピコートした。

このときの有機層の膜厚は約 120nm であった。

次いで実施例 1 と同様に陰極を蒸着し、EL 素子 301 を作製した。

素子 301 に対して、K-1 および PBD の代わりに表 3 に示した化合物を各々等質量添加した以外は、301 と全く同じ組成の EL 素子 302~312 を作製した。

東陽テクニカ製ソースメジャーユニット 2400 型を用いて、直流定電圧を EL 素子に印加し発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計 BM-8、また発光波長については浜松ホトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。

その結果を表 3 に示す。

【0079】

【表 3】

表 3

素子No.	電子輸送材料	発光材料	素子作成直後の発光特性			85℃保存後の発光特性		備考
			発光波長 λ_{max} (nm)	印加電圧18Vでの輝度 (cd/m ²)	外部量子効率 (%)	印加電圧18Vでの輝度 (cd/m ²)	発光面状*	
301	PBD	K-1	515	7300	2.1	2100	×	比較例
302	PBD	K-2	489	3200	1.8	1000	×	比較例
303	PBD	K-50	466	220	0.3	30	×	比較例
304	P-2	K-1	514	9200	3.1	4700	○	本発明
305	P-2	K-2	489	4100	2.8	2200	○	本発明
306	P-2	K-50	466	3400	2.7	1800	○	本発明
307	P-8	K-1	513	9800	3.7	5400	○	本発明
308	P-8	K-2	488	4800	3.9	2800	○	本発明
309	P-8	K-50	465	3600	3.1	2100	○	本発明
310	P-16	K-1	514	11200	4.4	6400	○	本発明
311	P-16	K-2	489	5300	4.1	2800	○	本発明
312	P-16	K-50	465	4700	4.5	2700	○	本発明

* ○：ダークスポット（未発光部）発生小、×：ダークスポット発生大

【0080】

【化 25】

-oxadiazole (PBD), K-1 of 1 mg of 12 mg in 1 and 2 -dichloroethane 3 ml spin coating was done.

film thickness of organic layer of this time was approximately 120 nm.

Next, cathode vapor deposition was done in same way as Working Example 1, the EL device 301 was produced.

Vis-a-vis element 301, compound which in place of K-1 and the PBD is shown in Table 3 such as each mass other than adding, EL device 302~312 of completely same composition as 301 was produced.

Making use of Toyo Technica make source measure unit 2400 type, imparting it did the direct current constant voltage in EL device and light emitting did, it measured making use of the Hamamatsu Photonics K.K. (DB 69-058-7670) supplied spectrum analyzer PMA-11 brightness concerning brightness meter BM-8, and light emitting wave length of Topcon corporation.

Result is shown in Table 3.

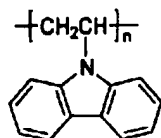
【0079】

【Table 3】

【0080】

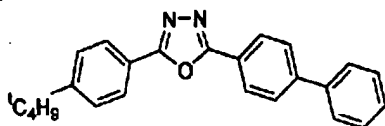
【Chemical Formula 25】

PVK



質量平均分子量：23000
(ポリスチレン換算)

PBD



【0081】

表 3 の結果から明らかなように、本発明の素子では通常発光効率が低い塗布型素子においても高い発光輝度、発光効率を示し、また、保存耐久性に関しても優れていることがわかる。

【0082】

実施例 4. 洗浄した 25mm×25mm×0.7mm のガラス基板上に ITO を 150nm の厚さで製膜したものの(東京三容真空(株)製)を透明支持基板とした。

この透明支持基板をエッチング、洗浄後、N,N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェニル)N,N'-ジフェニルベンジジン約 50nm、P-16 と 4-N,N'-ビス(p-メチルフェニル)アミノ-α-フェニルスチルベン(質量比 5:1)約 50nm をこの順に 10⁻³~10⁻⁴Pa の真空中で、基板温度室温の条件下蒸着した。

有機薄膜上にパターンニングしたマスク(発光面積が 5mm×4mm となるマスク)を設置し、AlLi 合金からなる陰極を蒸着し、EL 素子 No.401 を作製した。

つぎに素子 No.401 の 4-N,N'-ビス(p-メチルフェニル)アミノ-α-フェニルスチルベンを等質量の表 4 に示したりん光発光性化合物に置きかえる以外はまったく同様にして素子 No.402~405 を作製した。

さらに、N,N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェニル)N,N'-ジフェニルベンジジン約 50nm 蒸着した上に Alq を約 20nm 蒸着し、続けて P-16 を約 40nm、AlLi 合金からなる陰極を蒸着し、素子 No.406 を作製した。

【0081】

As been clear from result of Table 3, with element of this invention regarding coated type element where usually light emission efficiency is low it shows high light emitting brightness, light emission efficiency, in addition, in regard to storage durability it is superior, understands.

【0082】

Working Example 4. on glass substrate of 25 mm X 25 mm X 0.7 mm which were washed ITO thething (Tokyo three permitting/inserting vacuum Ltd. make) which film manufacture is done was designated as transparent supporting substrate with the thickness of 150 nm.

This transparent supporting substrate after etching, washing, N, N'-bis (4'-diphenylamino-4- biphenyl) N, N'-bis-biphenyl benzidine approximately 50 nm, P-16 and 4 -N, N'-bis (p- methylphenyl) amino -α- phenyl stilbene (mass ratio 5:1) approximately 50 nm 10⁻³~10⁻⁴Pa in vacuum, vapor deposition under condition of substrate temperature room temperature were done in this order.

mask (mask where light-emitting surface area becomes 5 mm X 4 mm) which patterning is done was installed on organic thin film, the cathode which consists of Al Li alloy vapor deposition was done, EL device No.401 was produced.

Next 4 -N, N'-bis (p- methylphenyl) amino -α- phenyl stilbene etc other than replacing to phosphor light luminescent compound which is shown in Table 4 of mass the element No.402~405 was produced with completely as similar.

Furthermore, N, N'-bis (4'-diphenylamino-4- biphenyl) N, N'-bis-biphenyl benzidine approximately 50 nm vapor deposition after doing, approximately 20 nm vapor deposition it did Alq, continued and P-16 the vapor deposition it did cathode which consists of approximately 40 nm Al Li alloy produced element No. 406

次に、N,N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェニリル)N,N'-ジフェニルベンジジン約 50nm 蒸着した上に Alq を約 50nm 蒸着し、AlLi 合金からなる陰極を蒸着し、素子 No.407 を作製した。

最後に素子 No.402 の P-16 を等質量の CBP に置きかえる以外は全く同様にして素子 No.408 を作製した。

各発光素子に実施例 1 と同様の測定を行なった。

結果を表 4 に示す。

【0083】

【表 4】

表 4

素子No.	ホスト材料	発光材料	電子輸送材料	発光波長 λ_{max} (nm)	効率(cd/A)	備考
401	P-16	*	—	463	2.2	比較例**
402	P-16	K-1	—	515	12.1	本発明
403	P-16	K-2	—	488	10.9	本発明
404	P-16	K-30	—	470	8.6	本発明
405	P-16	K-50	—	463	9.3	本発明
406	—	Alq	P-16	522	3.1	比較例
407	—	Alq	—	521	2.8	比較例
408	CBP	K-1	—	513	5.1	比較例

*: 4-N, N'-ビス (p-メチルフェニル) アミノ- α -フェニルスチルベン

** : 特開 2001-3044、実施例 4 に記載の素子

【0084】

表 4 の結果から明らかなように、本発明の素子では高い発光効率が得られ、これは一般式(I)で表される化合物とリン光発光性化合物を併用してはじめて得られる効果である。

【0085】

【発明の効果】

本発明の素子は高い発光輝度、発光効率を示し、保存耐久性に関しては、高温保存した後に輝度低下も少なく、かつ、発光面状も良好で、素子の保存耐久性が大幅に改善される。

また通常発光効率が低い塗布型素子においても同様な効果が得られている。

nm、AlLi alloy, produced element No.406.

Next, N, N'-bis (4'-diphenylamino-4-biphenyl) N, N'-biphenyl benzidine approximately 50 nm vapor deposition after doing, Alq was done approximately 50 nm vapor deposition, cathode which consists of AlLi alloy vapor deposition was done, element No.407 was produced.

Other than replacing P-16 of element No.402 etc to CBP of the mass lastly, element No.408 was produced with completely as similar.

Measurement which is similar to Working Example 1 in each luminescent element was done.

Result is shown in Table 4.

【0083】

[Table 4]

【0084】

As been clear from result of Table 4, with element of this invention high light emission efficiency is acquired, this jointly using compound and phosphor light luminescent compound which are displayed with General Formula (I), is effect which is acquired for first time.

【0085】

[Effects of the Invention]

element of this invention shows high light emitting brightness, light emission efficiency, high temperature storage after doing, also brightness decrease is little in regard to storage durability, at sametime, also light-emitting surface condition being satisfactory, storage durability of element is improved greatly.

In addition similar effect is obtained regarding coated type element where usually light emission efficiency is low.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-142265

(P2003-142265A)

(43) 公開日 平成15年5月16日 (2003.5.16)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	B 3 K 0 0 7
C 0 9 K 11/06	6 6 0	C 0 9 K 11/06	6 6 0
	6 9 0		6 9 0

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2001-339425 (P2001-339425)

(22) 出願日 平成13年11月5日 (2001.11.5)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 木村 桂三

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真

フイルム株式会社内

(74) 代理人 100105647

弁理士 小栗 昌平 (外4名)

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB11 DB03

(54) 【発明の名称】 発光素子

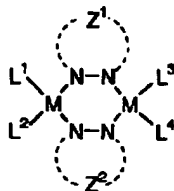
(57) 【要約】

【課題】高輝度、高効率発光可能で耐久性に優れた発光素子を提供する。

【解決手段】基板上に設けた一対の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層の少なくとも1層に下記一般式 (I) で表される化合物とりん光発光性化合物を含有することを特徴とする発光素子。

【化1】

一般式 (I)



一般式 (I) 中、Z¹およびZ²は窒素原子とともに5員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更に別の環と縮合環を形成してもよい。L¹、L²、L³およびL⁴はそれぞれ水素原子、アルキル基、アリール基または含窒素芳香環基

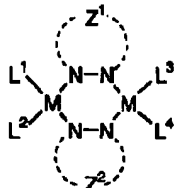
を表し、Mは金属原子を表す。

【特許請求の範囲】

【請求項1】基板上に設けた一対の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層の少なくとも1層に下記一般式(I)で表される化合物とりん光発光性化合物を含有することを特徴とする発光素子。

【化1】

一般式(I)



一般式(I)中、Z¹およびZ²は窒素原子とともに5員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更に別の環と縮合環を形成してもよい。L¹、L²、L³およびL⁴はそれぞれ水素原子、アルキル基、アリール基または含窒素芳香環基を表し、Mは金属原子を表す。

【請求項2】前記一般式(I)で表される化合物がピラザボール構造を有することを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項3】前記ピラザボール構造を有する化合物が4, 4, 8, 8-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル)ピラザボールであることを特徴とする請求項2記載の発光素子。

【請求項4】前記りん光発光性化合物が有機金属錯体であることを特徴とする請求項1～3記載の発光素子。

【請求項5】前記りん光発光性化合物がオルトメタル化錯体であることを特徴とする請求項1～4記載の発光素子。

【請求項6】前記りん光発光性化合物がオルトメタル化イリジウム錯体であることを特徴とする請求項1～5に記載の発光素子。

【請求項7】前記有機発光層が高分子化合物を含有することを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載の発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、発光素子材料および発光素子に関するものであり、特に高輝度で発光効率が高く、耐久性に優れた発光素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】今日、種々の発光素子に関する研究開発が活発であり、中でも有機電界発光(EL)素子は、低電圧で高輝度の発光を得ることができるため、有望な発光素子として注目されている。例えば、有機化合物の蒸着により有機薄膜を形成する発光素子が知られている

(アプライド フィジックス レターズ、51巻、913頁、1987年)。この文献に記載された発光素子は

トリス(8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウム錯体(Alq)を電子輸送材料として用い、正孔輸送材料(アミン化合物)と積層させることにより、従来の単層型素子に比べて発光特性を大幅に向上させている。

【0003】近年、有機EL素子をカラーディスプレイへと適用することが活発に検討されているが、高性能カラーディスプレイを開発する為には、青・緑・赤、それぞれの発光素子の特性を向上する必要がある。発光素子特性向上の手段として、アプライド フィジックス レターズ、75巻、4頁(1999年)に記載のイリジウム錯体からの発光を利用した緑色発光素子が報告されている。本素子は外部量子効率8%を達しており、従来素子の限界といわれていた外部量子効率5%を凌駕しているが、耐久性に問題があり、その改良が望まれていた。また、特開2000-226573にピラザボール構造を有する化合物を含有する素子の記載があるが、輝度、耐久性とも低く、その向上が望まれた。

【0004】一方、有機発光素子において高輝度発光を実現しているものは有機物質を真空蒸着によって積層している素子であるが、製造工程の簡略化、加工性、大面積化等の観点から塗布方式による素子作製が望ましい。しかしながら、従来の塗布方式で作製した素子では発光輝度、発光効率の面で蒸着方式で作製した素子に劣っており、高輝度、高効率発光化が大きな課題となっていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記のような実情に鑑みてなされたものであり、高輝度、高効率発光可能で耐久性に優れた発光素子を提供することにある。

【0006】

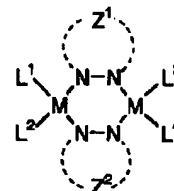
【課題を解決するための手段】この課題は下記的手段によって達成された。

(1)基板上に設けた一対の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層の少なくとも1層に下記一般式(I)で表される化合物とりん光発光性化合物を含有することを特徴とする発光素子。

【0007】

【化2】

一般式(I)



【0008】一般式(I)中、Z¹およびZ²は窒素原子とともに5員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更に別の環と縮合環を形成してもよい。L¹、L²、L³およびL⁴はそれぞれ水素原子、アルキル基、アリール基または含

窒素芳香環基を表し、Mは金属原子を表す。

(2) 前記一般式(I)で表される化合物がピラザボール構造を有することを特徴とする(1)記載の発光素子。(3) 前記ピラザボール構造を有する化合物が4, 4, 8, 8-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル)ピラザボールであることを特徴とする(2)記載の発光素子。

(4) 前記りん光発光性化合物が有機金属錯体であることを特徴とする(1)～(3)記載の発光素子。

(5) 前記りん光発光性化合物がオルトメタル化錯体であることを特徴とする(1)～(4)記載の発光素子。

(6) 前記りん光発光性化合物がオルトメタル化イリジウム錯体であることを特徴とする(1)～(5)に記載の発光素子。

(7) 有機発光層が高分子化合物を含有することを特徴とする(1)～(6)のいずれかに記載の発光素子。

【0009】なお、本発明の一般式(I)の化合物は特開2001-3044、特開2001-43973および特開2000-226573に記載の化合物に含まれるが、該明細書中にはりん光発光性化合物に関する記載は一切なく、従って該明細書から本発明の発光素子およびその性能を予想することは不可能である。

【0010】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。一般式(I)において、Z¹およびZ²は同一でも異なってもよく、それぞれ窒素原子とともに5員環を形成するのに必要な非金属原子群を表し、この環は置換基を有していてもよく、また更に別の環と縮合環を形成してもよい。置換基の例としてはハロゲン原子、脂肪族基、アリール基、ヘテロ環基、シアノ、ニトロ、-OR¹⁰¹、-SR¹⁰²、-CO₂R¹⁰³、-OCOR¹⁰⁴、-NR¹⁰⁵R¹⁰⁶、-CONR¹⁰⁷R¹⁰⁸、-SO₂R¹⁰⁹、-SO₂NR¹¹⁰R¹¹¹、-NR¹¹²CONR¹¹³R¹¹⁴、-NR¹¹⁵CO₂R¹¹⁶、-COR¹¹⁷、-NR¹¹⁸COR¹¹⁹または-NR¹²⁰SO₂R¹²¹が挙げられる。ここでR¹⁰¹、R¹⁰²、R¹⁰³、R¹⁰⁴、R¹⁰⁵、R¹⁰⁶、R¹⁰⁷、R¹⁰⁸、R¹⁰⁹、R¹¹⁰、R¹¹¹、R¹¹²、R¹¹³、R¹¹⁴、R¹¹⁵、R¹¹⁶、R¹¹⁷、R¹¹⁸、R¹¹⁹、R¹²⁰およびR¹²¹はそれぞれ独立に、水素原子、脂肪族基またはアリール基である。

【0011】置換基としては上記のうちハロゲン原子、脂肪族基、アリール基、-OR¹⁰¹、-SR¹⁰²、-NR¹⁰⁵R¹⁰⁶、-SO₂R¹⁰⁹、-NR¹¹²CONR¹¹³R¹¹⁴、-NR¹¹⁵CO₂R¹¹⁶、-NR¹¹⁸COR¹¹⁹または-NR¹²⁰SO₂R¹²¹であることが好ましく、ハロゲン原子、脂肪族基、アリール基、-OR¹⁰¹、-SR¹⁰²、-NR¹⁰⁵R¹⁰⁶または-SO₂R¹⁰⁹であることがより好ましく、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基、フェノキシ基、ジアルキルアミノ基であることがより好ましく、ハロゲン原子、炭素原子数

1～10のアルキル基、炭素原子数6～10のアリール基、炭素原子数1～10のアルコキシ基であることが更に好ましく、ハロゲン原子、炭素原子数1～4のアルキル基であることが最も好ましい。

【0012】ここで、脂肪族基はアルキル基、アルケニル基、アルキニル基およびアラルキル基を意味する。

【0013】Z¹およびZ²が形成する5員環としては含窒素芳香族環が好ましく、例えばピラゾール環、1, 2, 3-トリアゾール環、1, 2, 4-トリアゾール環、オキサジアゾール環およびチアジアゾール環がある。Z¹およびZ²として好ましくはピラゾール環、1, 2, 4-トリアゾール環、オキサジアゾール環およびチアジアゾール環であり、更に好ましくはピラゾール環、1, 2, 4-トリアゾール環およびオキサジアゾール環であり、最も好ましくはピラゾール環である。

【0014】好ましいZ¹およびZ²の炭素原子数は各々3～20であり、更に好ましくは3～8であり、更に好ましくは3～5である。

【0015】一般式(I)においてL¹、L²、L³およびL⁴は同一でも異なってもよく、それぞれ水素原子、アルキル基(好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～10、より好ましくは炭素数1～4であり、例えばメチル、エチル、iso-プロピル、tert-ブチル、n-オクチル、n-デシル、n-ヘキサデシル、シクロプロピル、シクロペンチル、シクロヘキシル、トリフルオロメチルおよびペンタフルオロメチルなどが挙げられる)、アリール基(好ましくは炭素数6～20、より好ましくは炭素数6～10であり、例えばフェニル、p-メチルフェニル、ナフチル、アントラニルなどが挙げられる)または含窒素芳香環基(好ましくは炭素数1～20、より好ましくは炭素数1～10、より好ましくは炭素数1～5であり、窒素以外のヘテロ原子としては例えば酸素原子、硫黄原子を有し、具体的には例えばイミダゾリル、トリアゾリル、ピラゾリル、ベンゾオキサゾリル、ベンズイミダゾリル、ベンズチアゾリルなどが挙げられる)を表し、好ましくは水素原子、炭素数1～4のアルキル基、および炭素数1～5の含窒素芳香族環基であり、より好ましくは水素原子、メチル、エチル、iso-プロピル、n-プロピル、iso-ブチル、iso-ペンチル、1-ピラゾリル、1, 2, 4-トリアゾール-1-イル、オキサジアゾール-1-イルおよびチアジアゾール-1-イルであり、更に好ましくは水素原子、メチル、エチル、iso-プロピル、1-ピラゾリルである。

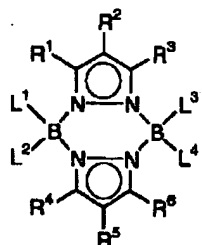
【0016】Mは金属原子を表し、好ましくは第3属金属原子であり、最も好ましくはホウ素原子を表す。

【0017】一般式(I)で表される化合物のうち好ましくは下記一般式(II)で表されるピラザボール構造を有する化合物である。

【0018】

【化3】

一般式(II)



≡ (ピラザボール)
str.

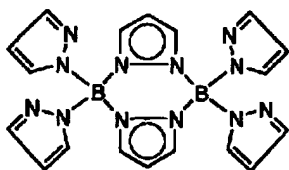
R⁴、R⁵およびR⁶は水素原子または置換基を表し、置換基の例および好ましい範囲としてはZ¹およびZ²で挙げたものと同一である。

【0020】一般式(II)においてL¹、L²、L³およびL⁴は一般式(I)におけるそれと同義であり、好ましい範囲も同一である。

【0021】一般式(II)で表されるピラザボール化合物のうち、さらに好ましくは下記式で表される4, 4, 8, 8-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル)ピラザボールである。

【0022】

【化4】

【0019】一般式(II)においてR¹、R²、R³、

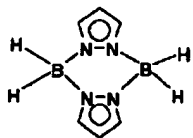
≡4,4,8,8-テトラキス(1H-ピラゾール-1-イル)ピラザボール

【0023】以下に、本発明で用いる一般式(I)で表される化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

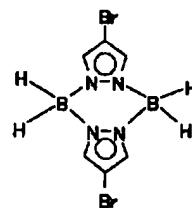
【0024】

【化5】

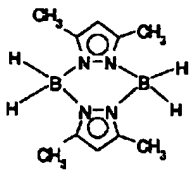
P-1)



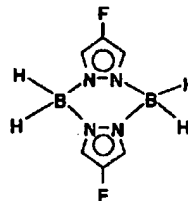
P-5)



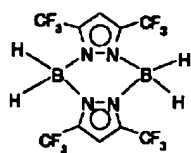
P-2)



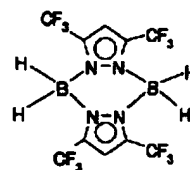
P-6)



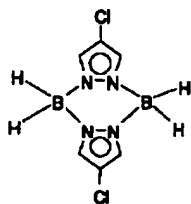
P-3)



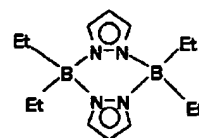
P-7)



P-4)



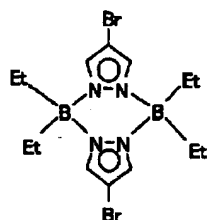
P-8)



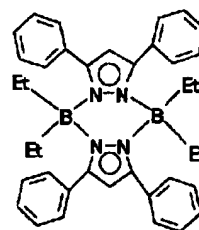
【0025】
【化6】

【0026】
【化7】

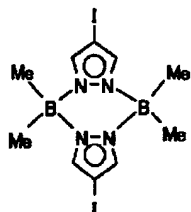
P-9)



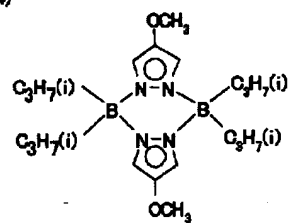
P-13)



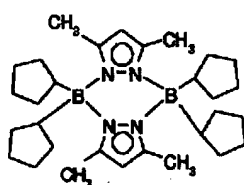
P-10)



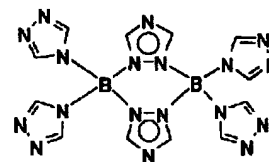
P-14)



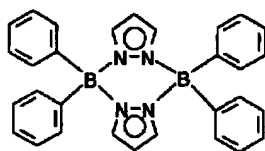
P-11)



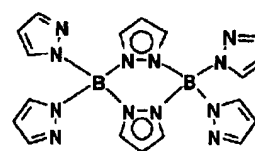
P-15)



P-12)



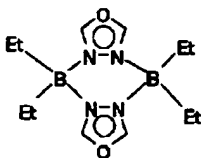
P-16)



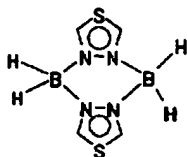
【0027】
【化8】

【0028】
【化9】

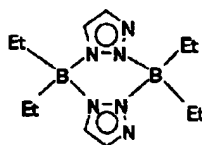
P-17)



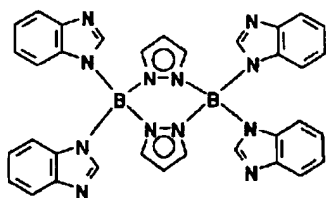
P-18)



P-19)



P-20)



【0029】本発明におけるりん光発光性化合物は、多重度の異なる項間の遷移に基づく発光（例えば三重項→一重項）が他の物質よりも強いものと定義する。好ましくは常温におけるりん光量子収率が25%以上のものであり、より好ましくは40%以上のものであり、さらに好ましくは60%以上のものであり、特に好ましくは80%以上のものであり、例えば金属を含まない有機化合物や金属-ヘテロ原子結合を有する金属錯体、金属-炭素結合を有する有機金属錯体などが挙げられ、下記に記載のオルトメタル化金属錯体などが挙げられる。次に有機金属錯体について説明する。有機金属錯体は、例えば「有機金属化学-基礎と応用-」p150, 232裳華房社山本明夫著（1982年発行）の6ページで定義されているように、金属と有機基が金属-炭素の直接結合により結びついた化合物のことを指す。次に、本発明で用いるオルトメタル化金属錯体について説明する。オルトメタル化金属錯体とは、例えば「有機金属化学-基礎と応

用-」p150, 232裳華房社山本明夫著1982年発行、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」p71-p77, p135-p146 Springer-Verlag社 H.Yersin著1987年発行等に記載されている化合物群の総称である。金属錯体の中心金属としては、遷移金属であればいずれのものも使用可能であるが、本発明では、中でも特にロジウム、白金、金、イリジウム、ルテニウム、パラジウム等を好ましく用いることができる。この中で特に好ましいものはイリジウムである。

【0030】オルトメタル化金属錯体の金属の価数は特に限定しないが、イリジウムを用いる場合には3価が好ましい。オルトメタル化金属錯体の配位子は、オルトメタル化金属錯体を形成し得る物であれば特に問わないが、例えば、アリール基置換含窒素ヘテロ環（アリール基の置換位置は含窒素ヘテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、アリール基としては例えばフェニル基、ナフチル基、アントリル基、ピレニル基などが挙げられ、含窒素ヘテロ環としては、例えば、ピリジン、ピリミジン、ピラジン、ピリダジン、キノリン、イソキノリン、キノキサリン、フタラジン、キナゾリン、ナフチリジン、シンノリン、フェナントロリン、ピロール、イミダゾール、ピラゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、チアジアゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾチアゾール、フェナントリジンなどが挙げられる）、ヘテロアリール基置換含窒素ヘテロ環（ヘテロアリール基の置換位置は含窒素ヘテロ環窒素原子の隣接炭素上であり、ヘテロアリール基としては例えば前記の含窒素ヘテロ環誘導体を含有する基、チエニル基、フリル基などが挙げられる）、7, 8-ベンゾキノリン、ホスフィノアリール、ホスフィノヘテロアリール、ホスフィノキシアリール、ホスフィノキシヘテロアリール、アミノメチルアリール、アミノメチルヘテロアリール等およびこれらの誘導体が挙げられる。アリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環、ヘテロアリール基置換含窒素芳香族ヘテロ環、7, 8-ベンゾキノリンおよびこれらの誘導体が好ましく、フェニルピリジン、チエニルピリジン、7, 8-ベンゾキノリンおよびこれらの誘導体がさらに好ましく、チエニルピリジンおよびその誘導体、7, 8-ベンゾキノリンおよびその誘導体が特に好ましい。

【0031】本発明の化合物は、オルトメタル化金属錯体を形成するのに必要な配位子以外に、他の配位子を有していても良い。他の配位子としては種々の公知の配位子が有るが、例えば、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」Springer-Verlag社 H.Yersin著1987年発行、「有機金属化学-基礎と応用-」裳華房社山本明夫著1982年発行等に記載の配位子が挙げられ、好ましくは、ハロゲン配位子（好ましくは塩素配位子）、含窒素ヘテロ環配位子（例えばビピリジル、フェナントロリンなど）、ジケトン配位子であ

り、より好ましくは塩素配位子、ビビリジル配位子である。

【0032】本発明のオルトメタル化金属錯体が有する配位子の種類は1種類でも良いし、複数の種類があっても良い。錯体中の配位子の数は、好ましくは1～3種類であり、特に好ましくは1, 2種類であり、さらに好ましくは1種類である。

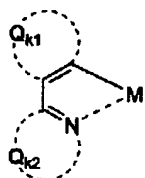
【0033】本発明のオルトメタル化金属錯体の炭素数は、好ましくは5～100、より好ましくは10～80、さらに好ましくは14～50である。

【0034】本発明のオルトメタル化金属錯体の好ましい形態は、下記一般式(K-I)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体である。

【0035】

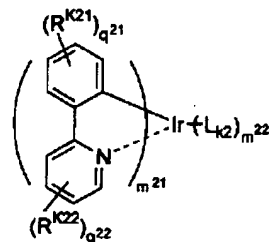
【化10】

一般式(K-I)



【0036】式中、Mは遷移金属を表す。Q_{k1}は5員または6員の芳香族環を形成するに必要な原子群を表す。Q_{k2}は5員または6員の含窒素芳香環を形成するに必要な原子群を表す。Mで表される遷移金属として好ましくは、ロジウム、白金、金、イリジウム、ルテニウム、パラジウムであり、より好ましくはロジウム、白金、イリジウムであり、更に好ましくは白金、イリジウムであり、特に好ましくはイリジウムである。Q_{k1}で形成される5員または6員の芳香族環は、芳香族炭化水素環、芳香族ヘテロ環のいずれでもよく、例えばベンゼン、ナフタレン、アントラセン、ピレン、ビリジン、キノリン、イソキノリン、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、チオフェン、フラン、ピロール、ピラゾール、イミダゾール、チアゾール、オキサゾール、チアジアゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、キノキサリン、フタラジ

一般式(K-II)



【0040】式中、R^{k21}、R^{k22}、R^{k31}およびR^{k32}はそれぞれ置換基を表す。q²¹、q²²およびq³²はそれぞれ0～4の整数を表し、q³¹は0～2の整数を表す。q²¹、q²²、q³¹、q³²が2以上の場合、複数個のR^{k21}、R^{k22}、R^{k31}、R^{k32}はそれぞれ同一または互い

に、ナフチリジン、シンノリン、フェナントロリン、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、フェナントリジンなどが挙げられ、好ましくはベンゼン、ナフタレン、ビリジン、キノリン、イソキノリン、チオフェン、フランであり、より好ましくはベンゼン、ナフタレン、ビリジン、キノリン、イソキノリン、チオフェンであり、更に好ましくはベンゼン、ナフタレン、チオフェンである。

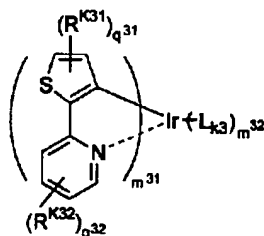
【0037】Q_{k2}で形成される5員または6員の含窒素芳香環としては、例えばビリジン、キノリン、イソキノリン、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、ピラゾール、イミダゾール、チアゾール、オキサゾール、チアジアゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、キノキサリン、フタラジン、ナフチリジン、シンノリン、フェナントロリン、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、フェナントリジンなどが挙げられ、好ましくはビリジン、キノリン、イソキノリン、ピラゾール、ピリダジンであり、より好ましくはビリジン、キノリン、イソキノリン、ピラゾールであり、更に好ましくはビリジン、イソキノリン、ピラゾールである。Q_{k1}、Q_{k2}で形成される環は置換基を有してもよく、置換基としては一般式(I)のZ¹およびZ²の置換基として挙げたものが適用でき、また好ましい範囲も同様である。また置換基同士が連結して環を形成しても良い。また、一般式(K-I)で表される部分構造を有する化合物またはその互変異性体は、化合物中に遷移金属を一つ有しても良いし、また、2つ以上有するいわゆる複核錯体であっても良い。他の金属原子を同時に含有していても良い。

【0038】一般式(K-I)で表される部分構造を有する化合物のうち、より好ましくは下記一般式(K-I I)または(K-III)で表される化合物またはその互変異性体である。

【0039】

【化11】

一般式(K-III)



に異なっても良い。

【0041】R^{k21}、R^{k22}、R^{k31}、R^{k32}で表される置換基としては、例えば一般式(I)におけるZ₁およびZ₂の置換基として挙げたものが適用できる。R^{k21}、R^{k22}、R^{k31}、R^{k32}は更に置換されてもよい。また、置

換基同士が結合して縮環構造を形成しても良い。

【0042】 R^{k21} 、 R^{k22} 、 R^{k31} 、 R^{k32} としては好ましくはアルキル基、アリール基、ヘテロ環基、アルコキシ基、アリールオキシ基、ハロゲン原子、結合して縮環構造を形成する基が好ましく、より好ましくはアルキル基、アリール基、フッ素原子、結合して芳香族縮環構造を形成する基である。 q^{21} 、 q^{22} 、 q^{31} 、 q^{32} としては0、1、2が好ましく、より好ましくは $q^{21} + q^{22} = 0$ 、1、2、 $q^{31} + q^{32} = 0$ 、1、2である。

【0043】 L_{k2} および L_{k3} はそれぞれ配位子を表す。配位子としては前記オルトメタル化金属錯体を形成するに必要な配位子、およびその他の配位子で説明した配位子が挙げられる。 L_{k2} 、 L_{k3} はオルトメタル化イリジウム錯体を形成するに必要な配位子、含窒素ヘテロ環配位子、ジケトン配位子、ハロゲン配位子が好ましく、より好ましくはオルトメタル化イリジウム錯体を形成するに必要な配位子、ジケトン配位子、ビピリジル配位子である。

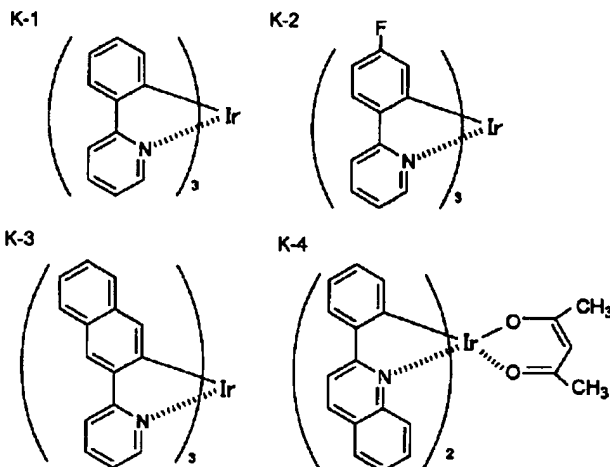
【0044】 m^{21} および m^{31} はそれぞれ1、2、3を表し、好ましくは2、3であり、より好ましくは3であ

る。 m^{22} および m^{32} は、それぞれ0～5の整数を表し、好ましくは0、1、2であり、より好ましくは0、1である。 m^{21} と m^{22} 、 m^{31} と m^{32} の数の組み合わせは、一般式(K-II)、(K-III)で表される金属錯体が中性錯体となる数の組み合わせが好ましい。

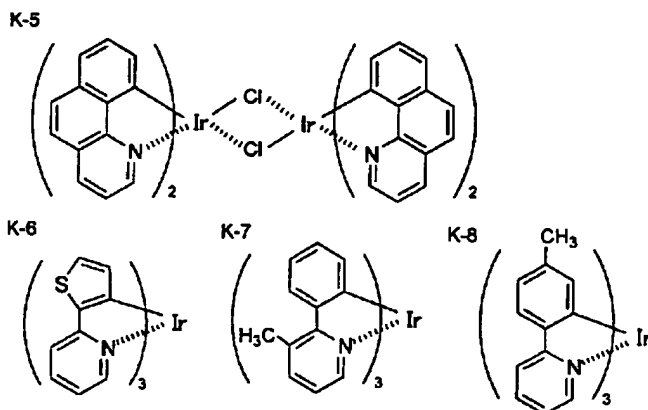
【0045】本発明のオルトメタル化金属錯体は一般式(K-1)の繰返し単位をひとつ有する、いわゆる低分子化合物であっても良く、また、一般式(K-1)の繰返し単位を複数個有するいわゆる、オリゴマー化合物、ポリマー化合物(平均分子量(Mw:ポリスチレン換算)は好ましくは1000～5000000、より好ましくは2000～1000000、さらに好ましくは3000～100000である。)であっても良い。本発明で用いるオルトメタル化金属錯体は低分子化合物が好ましい。

【0046】次に本発明に用いるりん光発光性有機金属錯体化合物の例を示すが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0047】
【化12】

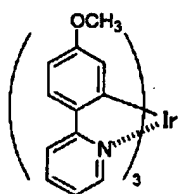


【化13】

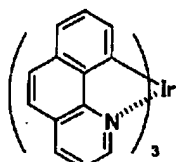


【0049】
【化14】

K-9



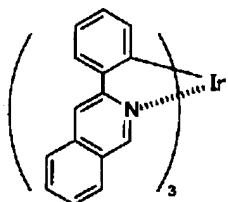
K-10



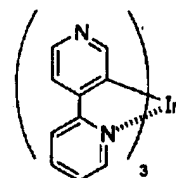
【0050】

【化15】

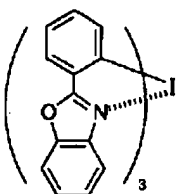
K-11



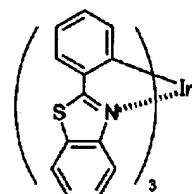
K-12



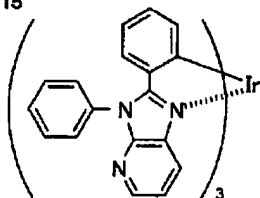
K-13



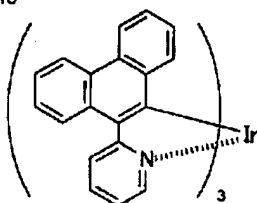
K-14



K-15



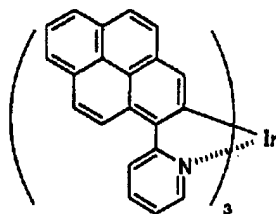
K-16



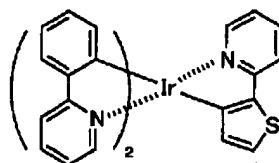
【0051】

【化16】

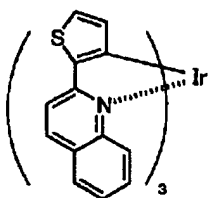
K-17



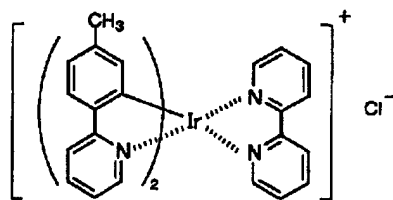
K-18



K-19

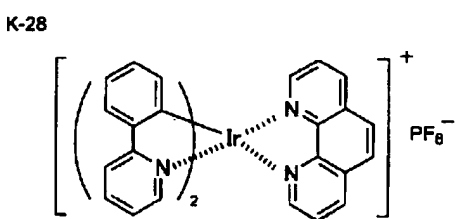
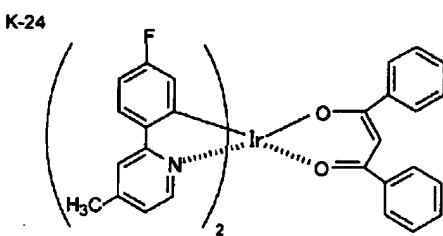
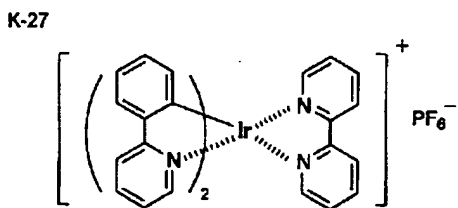
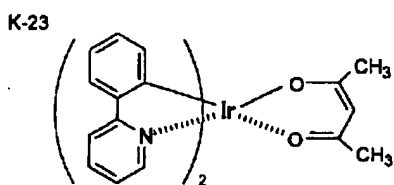
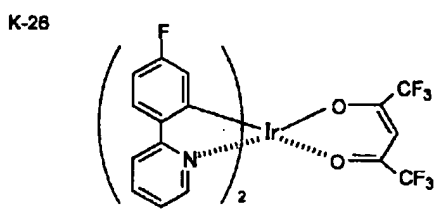
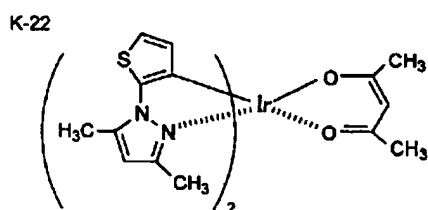
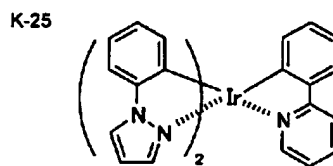
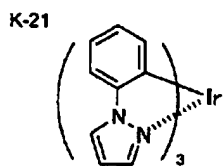


K-20



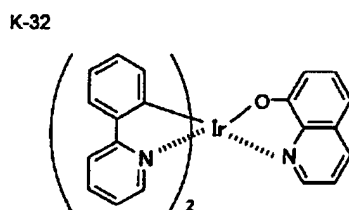
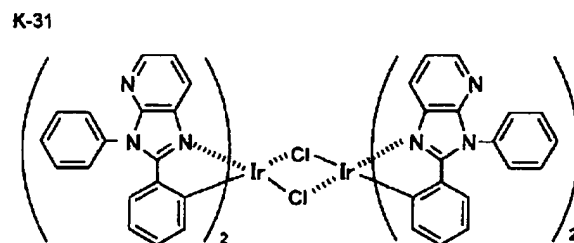
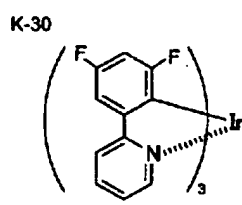
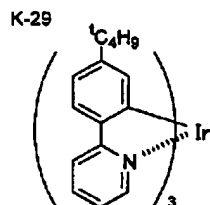
【0052】

【化17】



【0053】
【化18】

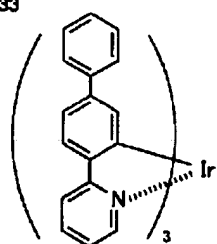
【0054】
【化19】



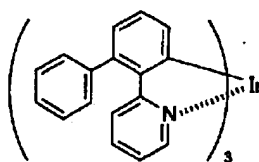
【0055】

【化20】

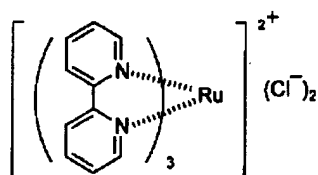
K-33



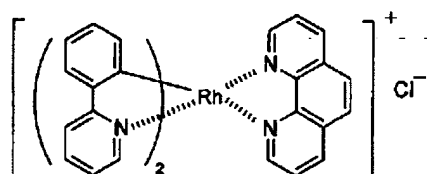
K-34



K-35



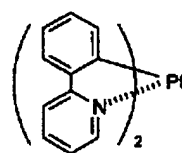
K-36



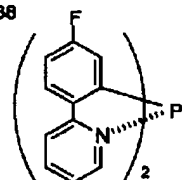
【0056】

【化21】

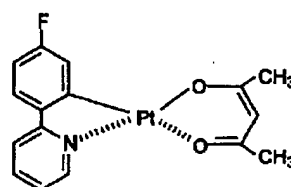
K-37



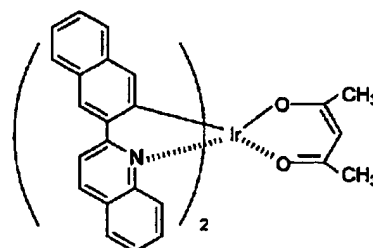
K-38



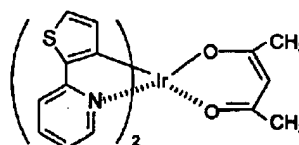
K-39



K-40

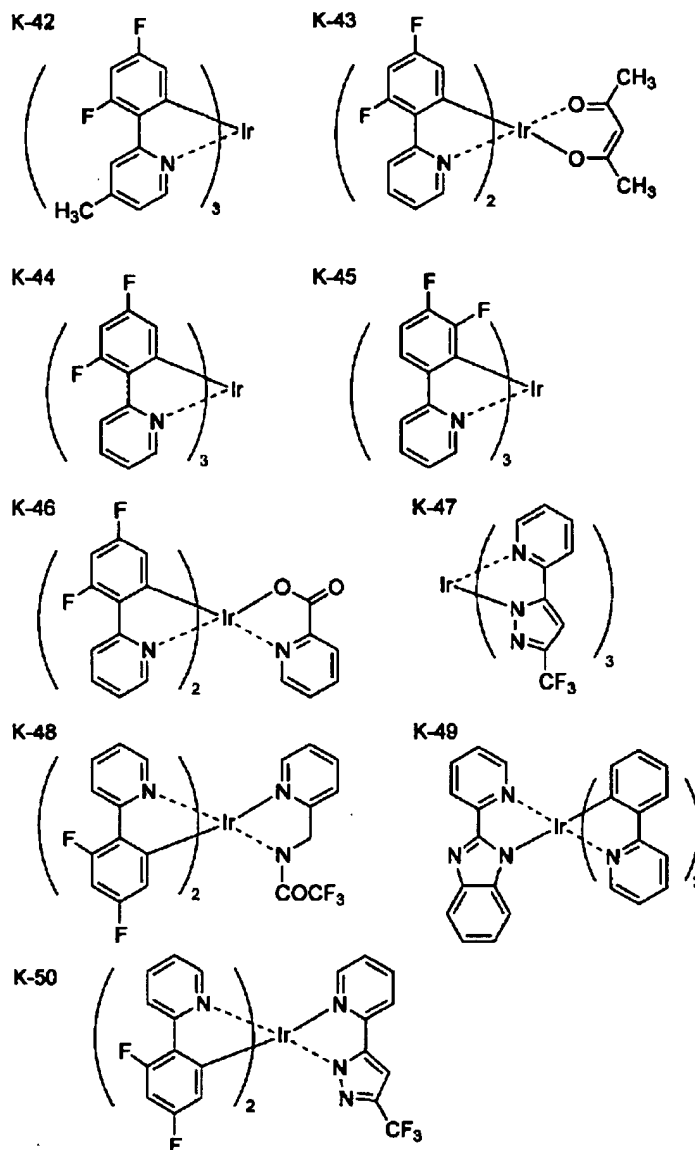


K-41



【0057】

【化22】



【0058】本発明で用いるオルトメタル化金属錯体は Inorg.Chem., 1991年, 30号, 1685頁., 同 1988年, 27号, 3464頁., 同 1994年, 33号, 545頁. Inorg.Chim.Acta, 1991年, 181号, 245頁. J.Organomet.Chem., 1987年, 335号, 293頁. J.Am.Chem.Soc., 1985年, 107号, 1431頁. 等、種々の公知の手法で合成することができる。

【0059】本発明で、一般式 (I) で表される化合物を含有する有機化合物層とりん光発光性化合物を含有する有機化合物層とは同一であっても、また異なってもよく、好ましくは一般式 (I) で表される化合物を含有する有機化合物層とりん光発光性化合物を含有する有機化合物層とが異なる場合である。また更に好ましくは一般式 (I) で表される化合物が発光層と陰極の間の少なくとも一層に含有され、りん光発光性化合物が発光層

に含有される場合である。

【0060】次に、本発明の化合物を含有する発光素子に関して説明する。本発明の化合物を含有する発光素子の有機層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法などの方法が用いられ、特性面、製造面で抵抗加熱蒸着、コーティング法が好ましい。

【0061】本発明の発光素子は陽極、陰極の一对の電極間に発光層を含む複数の有機化合物層を形成した素子であり、発光層のほか正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層、保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであってもよい。各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いることができる。

【0062】陽極は正孔注入層、正孔輸送層、発光層などに正孔を供給するものであり、金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物などを用いることができ、好ましくは仕事関数が4 eV以上の材料である。具体例としては酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ (ITO) 等の導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、さらにこれらの金属と導電性金属酸化物との混合物または積層物、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなどの有機導電性材料、およびこれらとITOとの積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物であり、特に、生産性、高導電性、透明性等の点からITOが好ましい。陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm～5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 nm～1 μmであり、更に好ましくは100 nm～500 nmである。

【0063】陽極は通常、ソーダライムガラス、無アルカリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが用いられる。ガラスを用いる場合、その材質については、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アルカリガラスを用いることが好ましい。また、ソーダライムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施したものを使用することが好ましい。基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分であれば特に制限はないが、ガラスを用いる場合には、通常0.2 mm以上、好ましくは0.7 mm以上のものを用いる。陽極の作製には材料によって種々の方法が用いられるが、例えばITOの場合、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法（ゾルゲル法など）、酸化インジウムスズの分散物の塗布などの方法で膜形成される。陽極は洗浄その他の処理により、素子の駆動電圧を下げたり、発光効率を高めることも可能である。例えばITOの場合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的である。

【0064】陰極は電子注入層、電子輸送層、発光層などに電子を供給するものであり、電子注入層、電子輸送層、発光層などの負極と隣接する層との密着性やイオン化ポテンシャル、安定性等を考慮して選ばれる。陰極の材料としては金属、合金、金属ハロゲン化物、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物を用いることができ、具体例としてはアルカリ金属（例えばLi、Na、K、Cs等）及びそのフッ化物、酸化物、アルカリ土類金属（例えばMg、Ca等）及びそのフッ化物、酸化物、金、銀、鉛、アルミニウム、ナトリウム-カリウム合金またはそれらの混合金属、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属、インジウム、イッテルビウム等の希土類金属等が挙げられ、好ましくは仕事関数が4 eV以下の材料であり、より好ましくはアルミニウ

ム、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属等である。陰極は、上記化合物及び混合物の単層構造だけでなく、上記化合物及び混合物を含む積層構造を取ることでもできる。陰極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm～5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 nm～1 μmであり、更に好ましくは100 nm～1 μmである。陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用いられ、金属を単体で蒸着すること、二成分以上を同時に蒸着することでもできる。さらに、複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調製した合金を蒸着させてもよい。陽極及び陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、数百Ω/□以下が好ましい。

【0065】発光層の材料は、電界印加時に陽極または正孔注入層、正孔輸送層から正孔を注入することができると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を注入することができる機能や、注入された電荷を移動させる機能、正孔と電子の再結合の場を提供して発光させる機能を有する層を形成することができるものであれば何でもよい。好ましくは発光層に本発明のオルトメタル化金属錯体を含有するものであるが、他の発光材料を併用して用いることもできる。例えばベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾチアゾール、スチリルベンゼン、ポリフェニル、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、ナフタリイミド、クマリン、ペリレン、ペリノン、オキサジアゾール、アルダジン、ピラリジン、シクロペンタジエン、ビススチリルアントラセン、キナクリドン、ピロロピリジン、チアジアゾロピリジン、シクロペンタジエン、スチリルアミンおよびこれらの誘導体、芳香族ジメチリデン化合物、8-キノリノールおよびその誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体等、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレンビニレン、ポリチエニレンビニレン等のポリマー化合物等が挙げられる。発光層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1 nm～5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは5 nm～1 μmであり、更に好ましくは10 nm～500 nmである。発光層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）、LB法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法などの方法が用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着、コーティング法である。

【0066】正孔注入層、正孔輸送層の材料は、陽極から正孔を注入する機能、正孔を輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。その具体例としては、カルバゾール、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、イミ

ダゾール、ポリアリーールアルカン、ピラゾリン、ピラゾロン、フェニレンジアミン、アリーールアミン、アミノ置換カルコン、スチリルアントラセン、フルオレノン、ヒドラゾン、スチルベン、シラザンおよびこれらの誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリデン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ(N-ビニルカルバゾール)およびその誘導体、アニリン系共重合体、チオフェンオリゴマー、ポリチオフェン等の導電性高分子オリゴマー、カーボン膜等が挙げられる。正孔注入層、正孔輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1 nm～5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは5 nm～1 μmであり、更に好ましくは10 nm～500 nmである。正孔注入層、正孔輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。正孔注入層、正孔輸送層の形成方法としては、真空蒸着法、LB法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法、前記正孔注入輸送剤を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)などが用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキシド、ポリブタジエン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などが挙げられる。

【0067】電子注入層、電子輸送層の材料は、陰極から電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から注入された正孔を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。その具体例としては、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、フルオレノン、アントラキノジメタン、アントロン、ジフェニルキノン、チオピランジオキシド、カルボジイミド、フルオレニリデンメタン、ジスチリルピラジン、ナフタレンやペリレン等の芳香環テトラカルボン酸無水物、フタロシアニンおよびこれらの誘導体、8-キノリノールおよびその誘導体の金属錯体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種金属錯体等が挙げられる。電子注入層、電子輸送層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1 nm～5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは5 nm～1 μmであり、更に好ましくは10 nm～500 nmである。電子注入層、電子輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよい

し、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。電子注入層、電子輸送層の形成方法としては、真空蒸着法、LB法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法、前記電子注入輸送剤を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法(スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など)などが用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、正孔注入輸送層の場合に例示したものが適用できる。

【0068】保護層の材料としては水分や酸素等の素子劣化を促進するものが素子内に入ることを抑止する機能を有しているものであればよい。その具体例としては、In、Sn、Pb、Au、Cu、Ag、Al、Ti、Ni等の金属、MgO、SiO、SiO₂、Al₂O₃、GeO、NiO、CaO、BaO、Fe₂O₃、Y₂O₃、TiO₂等の金属酸化物、SiN_x、SiN_xO_y等の窒化物、MgF₂、LiF、AlF₃、CaF₂等の金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレア、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンとの共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも1種のモノマーを含むモノマー混合物を共重合させて得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フッ素共重合体、吸水率1%以上の吸水性物質、吸水率0.1%以下の防湿性物質等が挙げられる。保護層の形成方法についても特に限定はなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、MBE(分子線エビタキシ)法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法(高周波励起イオンプレーティング法)、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、ガスソースCVD法、コーティング法、インクジェット法、印刷法、転写法を適用できる。

【0069】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれにより限定されるものではない。

実施例1

洗浄した25 mm×25 mm×0.7 mmのガラス基板上にITOを150 nmの厚さで製膜したもの(東京三容真空(株)製)を透明支持基板とした。この透明支持基板をエッチング、洗浄後、テトラキス(4-ジフェニルアミノフェニル)シラン約50 nm、表1記載の発光層(ホスト材料と発光材料の質量比は、およそ94:6)を約36 nm、下記化合物A約36 nmをこの順に10⁻³～10⁻⁴ Paの真空中で、基板温度室温の条件下蒸着した。有機薄膜上にパターニングしたマスク(発光面積が5 mm×4 mmとなるマスク)を設置し、蒸着装置内でマグネシウム:銀=10:1を250 nm共蒸着した後、更に銀300 nmを蒸着し、EL素子No. 1

01～116を作製した。東陽テクニカ製ソースメジャーユニット2400型を用いて、直流定電圧をEL素子に印加し発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計BM-8、また発光波長については浜松ホトニクス社製スペ

クトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。その結果を表1に示す。

【0070】

【表1】

表 1

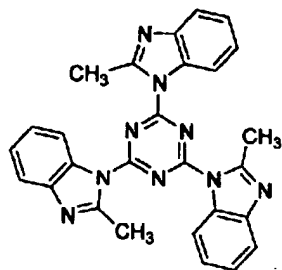
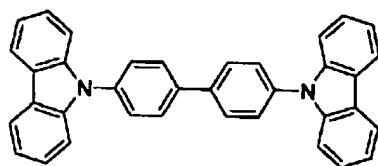
素子No.	ホスト材料	発光材料	素子作成直後の発光特性		85℃保存後の発光特性		備考
			発光波長λmax (nm)	外部量子効率 (%)	印加電圧12Vでの輝度 (cd/m ²)	印加電圧12Vでの輝度 (cd/m ²)	
101	CBP	K-1	513	8.1	36600	11700	比較例
102	CBP	K-2	488	8.4	8200	3000	比較例
103	CBP	K-30	468	1.8	4000	800	比較例
104	CBP	K-50	464	0.8	180	8	比較例
105	P-2	K-1	514	8.8	38400	30200	本発明
106	P-2	K-2	489	7.1	8900	7000	本発明
107	P-2	K-30	469	4.2	8200	6300	本発明
108	P-2	K-50	463	4.1	4100	3400	本発明
109	P-8	K-1	514	9.5	38700	28600	本発明
110	P-8	K-2	489	7.1	9100	7000	本発明
111	P-8	K-30	467	4.7	9800	8100	本発明
112	P-8	K-50	464	4.5	4300	3300	本発明
113	P-16	K-1	513	10.3	40200	36000	本発明
114	P-16	K-2	487	8.2	9800	8500	本発明
115	P-16	K-30	468	4.8	10300	8600	本発明
116	P-16	K-50	463	5.8	5100	4600	本発明
117	-	P-16	424	0.3	282	3	比較例

* ○：ダークスロット（未発光部）発生小、×：ダークスロット発生大

【0071】

【化23】

CBP(Applied Physics Letters, 75, 4(1999)に記載)



化合物 A

【0072】また、これらの素子をアルゴンガスで置換したオートクレーブ中に封入し、85℃の加熱条件下3日間保存した後に、同様の輝度測定・および発光面状観察を行った結果も表1に示す。表1の結果から、文献化合物であるCBPをホスト材料に用いた比較用の素子（素子No. 101～104）では作成直後の輝度および外部量子効率が低く、高温保存した後に大幅な輝度低下およびダークスポットの発生が見られるのに対し、本発明のホスト材料を用いた素子（素子No. 105～1

16）では作成直後の輝度および外部量子効率が良好であり、また高温保存した後の輝度低下は少なく、発光面状も良好であり、作成直後の発光特性と保存耐久性ともに優れていることが分かる。また、本発明の素子No. 116からりん光発光性化合物を除いた素子No. 117では十分な輝度が得られず外部量子効率も低かった。

【0073】実施例2. 洗浄した25mm×25mm×0.7mmのガラス基板の上にITOを150nmの厚さで製膜したもの（東京三容真空（株）製）を透明支持基板とした。この透明支持基板をエッチング、洗浄後、テトラキス（4-ジフェニルアミノフェニル）シラン約50nm、下記化合物Bと発光材料からなる表2記載の発光層（化合物Bと発光材料の質量比は、およそ94：6）を約36nm、表2記載の電子輸送材料約18nm、化合物C18nmをこの順に 10^{-3} ～ 10^{-4} Paの真空中で、基板温度室温の条件下蒸着した。有機薄膜上にパターニングしたマスク（発光面積が5mm×4mmとなるマスク）を設置し、蒸着装置内でマグネシウム：銀=10：1を250nm共蒸着した後、更に銀300nmを蒸着し、EL素子No. 201～216を作製した。

【0074】得られた各発光素子に実施例1と同様の測定および評価を行なった。結果を表2に示す。

【0075】

【表2】

表 2

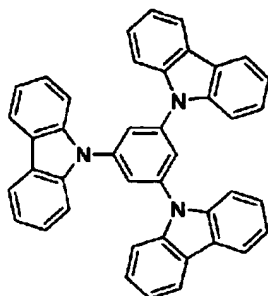
素子 No.	発光材料	電子輸送材料	素子作成直後の発光特性				85℃保存後の発光特性		備考
			発光波長 λ_{max} (nm)	最低駆動電圧 (V)	印加電圧12Vでの輝度 (cd/m ²)	外部量子効率 (%)	印加電圧12Vでの輝度 (cd/m ²)	発光面状 **	
201	K-1	化合物C*	514	7	38200	8.6	10900	×	比較例
202	K-2	化合物C*	489	8	8400	6.6	2700	×	比較例
203	K-30	化合物C*	467	6	4400	1.6	760	×	比較例
204	K-50	化合物C*	484	8	190	0.5	8	×	比較例
205	K-1	P-2	513	5	39600	9.1	27600	○	本発明
206	K-2	P-2	488	5	8900	7.1	6000	○	本発明
207	K-30	P-2	469	5	8300	4.8	5600	○	本発明
208	K-50	P-2	464	5	4500	4.4	3000	○	本発明
209	K-1	P-8	513	4	40100	9.8	26900	○	本発明
210	K-2	P-8	488	4	9200	7.7	6100	○	本発明
211	K-30	P-8	466	5	9900	6.6	6200	○	本発明
212	K-50	P-8	463	5	4900	5.1	3000	○	本発明
213	K-1	P-18	514	4	40800	10.8	27100	○	本発明
214	K-2	P-16	488	4	10600	8.8	7600	○	本発明
215	K-30	P-16	466	4	11000	5.4	7400	○	本発明
216	K-50	P-18	463	4	5100	5.9	3500	○	本発明

* 電子輸送材料の層が化合物Cの素子No. 201～204は、素子における化合物C層の合計膜厚は36nm

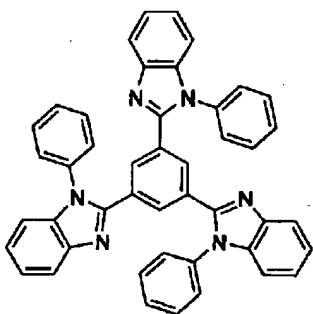
** ○：ダークスポット（未発光部）発生小、×：ダークスポット発生大

【0076】

【化24】



化合物B



化合物C

(特開平10-92578号に記載の化合物)

【0077】表2の結果から、比較化合物である化合物Cを電子輸送材料に用いた比較用の素子(素子No. 201~204)では作成直後の輝度および外部量子効率

表3

素子No.	電子輸送材料	発光材料	素子作成直後の発光特性			85℃保存後の発光特性		備考
			発光波長 λ_{\max} (nm)	印加電圧18Vでの輝度 (cd/m ²)	外部量子効率 (%)	印加電圧18Vでの輝度 (cd/m ²)	発光面状*	
301	PBD	K-1	515	7300	2.1	2100	×	比較例
302	PBD	K-2	489	3200	1.8	1000	×	比較例
303	PBD	K-50	466	220	0.3	30	×	比較例
304	P-2	K-1	514	9200	3.1	4700	○	本発明
305	P-2	K-2	489	4100	2.8	2200	○	本発明
306	P-2	K-50	466	3400	2.7	1800	○	本発明
307	P-8	K-1	513	9800	3.7	5400	○	本発明
308	P-8	K-2	488	4800	3.9	2800	○	本発明
309	P-8	K-50	465	3600	3.1	2100	○	本発明
310	P-16	K-1	514	11200	4.4	6400	○	本発明
311	P-16	K-2	489	5300	4.1	2800	○	本発明
312	P-16	K-50	465	4700	4.5	2700	○	本発明

* ○: ダークスポット(未発光部)発生小、×: ダークスポット発生大

【0080】

【化25】

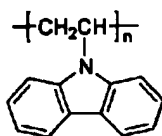
が低く、高温保存した後に大幅な輝度低下およびダークスポットの発生が見られるのに対し、本発明の電子輸送材料を用いた素子(素子No. 205~216)では作成直後の輝度および外部量子効率が良好であり、また最低駆動電圧も低く、更に高温保存した後の輝度低下は少なく、発光面状も良好であり、作成直後の発光特性と保存耐久性とともに優れていることが分かる。

【0078】実施例3. 実施例1と同様にエッチング、洗浄したITOガラス基板上に、40mgのポリ(N-ビニルカルバゾール(PVK))、12mgの2-(4-tert-ブチルフェニル)-5-(4-ビフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール(PBD)、1mgのK-1を1,2-ジクロロエタン3mlに溶解した溶液をスピンコートした。このときの有機層の膜厚は約120nmであった。次いで実施例1と同様に陰極を蒸着し、EL素子301を作製した。素子301に対して、K-1およびPBDの代わりに表3に示した化合物を各々等質量添加した以外は、301と全く同じ組成のEL素子302~312を作製した。東陽テクニカ製ソースメジャーユニット2400型を用いて、直流定電圧をEL素子に印加し発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計BM-8、また発光波長については浜松ホトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。その結果を表3に示す。

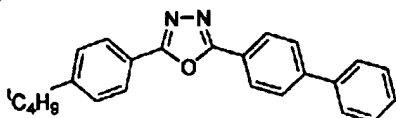
【0079】

【表3】

PVK

質量平均分子量：23000
(ポリスチレン換算)

PBD



【0081】表3の結果から明らかなように、本発明の素子では通常発光効率が低い塗布型素子においても高い発光輝度、発光効率を示し、また、保存耐久性に関しても優れていることがわかる。

【0082】実施例4. 洗浄した25mm×25mm×0.7mmのガラス基板上にITOを150nmの厚さで製膜したもの(東京三容真空(株)製)を透明支持基板とした。この透明支持基板をエッチング、洗浄後、N, N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェニル) N, N'-ジフェニルベンジジン約50nm、P-16と4-N, N'-ビス(p-メチルフェニル)アミノ-α-フェニルスチルベン(質量比5:1)約5

0nmをこの順に 10^{-3} ~ 10^{-4} Paの真空中で、基板温度室温の条件下蒸着した。有機薄膜上にパターンニングしたマスク(発光面積が5mm×4mmとなるマスク)を設置し、AlLi合金からなる陰極を蒸着し、EL素子No. 401を作製した。つぎに素子No. 401の4-N, N'-ビス(p-メチルフェニル)アミノ-α-フェニルスチルベンを等質量の表4に示したりん光発光性化合物に置きかえる以外はまったく同様にして素子No. 402~405を作製した。さらに、N, N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェニル) N, N'-ジフェニルベンジジン約50nm蒸着した上にAlqを約20nm蒸着し、続けてP-16を約40nm、AlLi合金からなる陰極を蒸着し、素子No. 406を作製した。次に、N, N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェニル) N, N'-ジフェニルベンジジン約50nm蒸着した上にAlqを約50nm蒸着し、AlLi合金からなる陰極を蒸着し、素子No. 407を作製した。最後に素子No. 402のP-16を等質量のCBPに置きかえる以外は全く同様にして素子No. 408を作製した。各発光素子に実施例1と同様の測定を行なった。結果を表4に示す。

【0083】

【表4】

表4

素子No.	ホスト材料	発光材料	電子輸送材料	発光波長 λ_{max} (nm)	効率(cd/A)	備考
401	P-16	*	—	463	2.2	比較例**
402	P-16	K-1	—	515	12.1	本発明
403	P-16	K-2	—	488	10.9	本発明
404	P-16	K-30	—	470	8.6	本発明
405	P-16	K-50	—	463	9.3	本発明
406	—	Alq	P-16	522	3.1	比較例
407	—	Alq	—	521	2.8	比較例
408	CBP	K-1	—	513	5.1	比較例

*: 4-N, N'-ビス(p-メチルフェニル)アミノ-α-フェニルスチルベン

**: 特開2001-3044、実施例4に記載の素子

【0084】表4の結果から明らかなように、本発明の素子では高い発光効率を得られ、これは一般式(I)で表される化合物とりん光発光性化合物を併用してはじめて得られる効果である。

【0085】

【発明の効果】本発明の素子は高い発光輝度、発光効率を示し、保存耐久性に関しては、高温保存した後に輝度低下も少なく、かつ、発光面状も良好で、素子の保存耐久性が大幅に改善される。また通常発光効率が低い塗布型素子においても同様な効果が得られている。

